

## Nagyhatékonyságú szermaradék-vizsgálat: antibakteriális szerek meghatározása

High performance residue analysis:  
determination of antibacterial agents

Sörök érzékszervi fejlesztési irányainak meghatározása

Alapíz-felismerő képesség vizsgálata

A háziméh védelmére irányuló intézkedések a növényvédelemben

Mákörlemények hatása a fehér csokoládé reológiai tulajdonságaira

*Determination of the sensory development directions of beers • Study of basic taste recognition • Measures for the protection of honey bees in plant protection • The effect of ground poppy seeds on the rheological properties of white chocolate*





## TARTALOM – CONTENTS



**Nagyhatékonyságú szermaradék-vizsgálat: antibakteriális szerek meghatározása élelmiszerekből folyadékkromatográfiás szűrő és megerősítő módszerekkel**  
(Tölgyesi Ádám, Pálffi Éva, Horváth Tímea, Lipcsei Viktória)  
*High performance residue analysis: determination of antibacterial agents in foods using liquid chromatography screening and confirmation methods*  
(Ádám Tölgyesi, Éva Pálffi, Tímea Horváth, Viktória Lipcsei)

1964



**Sörök érzékszervi fejlesztési irányainak meghatározása a penalty analízis módszerével**  
(Tompos Barbara)  
*Determination of the sensory development directions of beers using the method of penalty analysis*  
(Barbara Tompos)

1990



**Alapíz-felismerő képesség vizsgálata a Budapesti Gazdasági Egyetem vendéglátó és szálloda szakirányos hallgatóinak körében**  
(Fekete-Frojimovics Zsófia, Lenkovics Beatrix, Magyar né Horváth Kinga, Jakuschné Kocsis Tímea, Lugasi Andrea)  
*Study of basic taste recognition among the tourism and catering management students of the Budapest Business School*  
(Zsófia Fekete-Frojimovics, Beatrix Lenkovics, Kinga Magyar né Horváth, Tímea Jakuschné Kocsis, Andrea Lugasi)

2014



**A háziméh és egyéb beporzó fajok védelmére irányuló intézkedések a növényvédelemben**  
(Ripka Géza, Rónai Anna)  
*Measures for the protection of honey bees and other pollinating species in plant protection*  
(Géza Ripka, Anna Rónai)

2036



**Különböző tulajdonságú mákőrlemények hatása a fehér csokoládé reológiai tulajdonságaira**  
(Zay Katalin, Somogyi László, Soós Anita)  
*The effect of ground poppy seeds with different properties on the rheological properties of white chocolate*  
(Katalin Zay, László Somogyi, Anita Soós)

2052



**Nemzeti szabványosítási hírek**  
(Kurucz Csilla)  
*Review of national standardization*  
(Csilla KURUCZ)

2070



**Hazai körkép**  
*Domestic panorama*

2074



**Kitekintő**  
*Outlook*

2084

**Kedves Olvasóink!**

A Beköszöntőt írom egy igen távoli országban. Odakint hőség van, a levegő párja azonnal a homlokomra csapódik, s az első pár napban az idegen klíma a gondolataimnak is útját állja. Otthonra gondolok, ahol „aranyos (a) lapály, gólyahír, áramló könnyűségű (a) rét. Ezüst derűvel ráz a nyír egy szellőcskét és leng az ég”. 2018 nyarán a megújult Élelmiszervizsgálati Közlemények nyári számában haladtuk meg a 2000 oldal terjedelmet.

Vezető anyagunk **Tölgyesi Ádám** és munkatársainak újabb dolgozatát mutatja be. A szerzők különféle antibakteriális készítmények maradáknak gyors és kényelmes szűrővizsgálatai módszereiről értekeznek nagyhatékonyságú folyadékkromatográfiás rendszer használatával. Az élelmiszerlánc-biztonságot számottevően befolyásoló maradéanyagok elemzésének fontosságát a dolgozathoz készített, szokatlanul nagyméretű kulcsszó-gyűjtemény is érzékelteti.

**Tompos Barbara** a Szent István Egyetem Érzékszervi laboratóriumában zajló, esetenként korunk színvonalát meghaladó technológiájú organoleptikus analitikai munkából mutat be egy területet: különböző sörkészítmények penalty analízissel végzett vizsgálati eredményei alapján azt vizsgálja, hogy a mérési eredményeket miként lehet a sörkészítés technológiájában a termékek minőségének – jelesül azok kedveltségi szintjének javítására használni.

Ugyancsak az érzékszervi vizsgálatok témájában készült **Fekete-Frojimovics Zsófia** és szerzőtársainak kézirata. Kutatásaik során az élelmiszereket kóstoló képzett és laikus egyének íz-felismerő képességét, azaz a kísérletbe vont személyek az, alap-ízre vonatkozó ízküszöb-értékeit („LOD”) határozták meg úgy, hogy a kísérletek során kiiktatták a szaglás és látás révén keletkező egyéb ingereket. Megállapították, hogy bizonyos egyéneknél és alap-ízekenél a látás is befolyásolhatja az íz-felismerő képességet.

**Ripka Géza** és **Rónai Anna** dolgozatának témája rendhagyónak tűnik: a szerzők a háziméhek biztonságát szolgáló, a vegyszeres növényvédelmet szabályozó hatósági intézkedések eredményeit vizsgálták. A méh-biztonság azonban nemcsak állatvédelmi, állategészségügyi összefüggéseket foglal magában, hiszen a helyes agrokémiai gyakorlattal a méhek védelmén keresztül a mézekbe kerülő növényvédő szer-maradékok mennyisége csökkenthető, amely már élelmiszerlánc-biztonsági jelentőséggel bír.

**Zay Katalin** és munkatársai az édesipar területén reológiai vizsgálatokat végeztek. Európa középső és keleti részén kedvelt élelmiszer-alapanyag a mák. A mákszemeket őrlés nélkül, illetve őrölt liszt, formájában adagolták különféle csokoládé-készítményekhez. A munkacsoport a csokoládékhoz adagolt mák és a termékek reológiai tulajdonságai között összefüggéseket állapított meg. Vizsgálataikat fogyasztói érzékszervi vizsgálatokkal is kiegészítették.

Remélem, hogy nyári számunkban is sikerült olvasóink számára érdekes cikkeket válogatnunk, amihez jó olvasást, a közelgő vakációs időszakra pedig kellemes kikapcsolódást, pihenést kívánok az Élelmiszervizsgálati Közlemények Szerkesztőbizottsága nevében:

**Dr. Szigeti Tamás János**  
főszerkesztő

**Dear Readers,**

I am writing these lines in a country far, far away. Outside it is scorching hot, the humidity in the air immediately condenses on my forehead, and in the first few days, this foreign climate even stopped my thoughts. I am thinking of our home, where „lovable (are the) plains, (the) marigold, lightly flowing (are the) meadows. The birch shakes a breeze with silver gaiety and the sky swings”. In the summer of 2018, with the summer issue of the renewed Journal of Food Investigation, our total volume has surpassed 2,000 pages.

Our leading material presents the latest work of **Ádám Tölgyesi** et al. The authors discuss rapid and convenient screening methods of the residues of various antibacterial products using a high performance liquid chromatography system. The importance of the analysis of residues that have a significant impact on food chain safety is also signified by the unusually large collection of keywords, prepared for the paper.

**Barbara Tompos** presents one area of the organoleptic analytical work carried out in the Sensory Analysis Laboratory of Szent István University, occasionally surpassing state-of-the-art technologies: based on the analytical results of different beer products, obtained using the method of penalty analysis, it is examined how measurement results can be used in the brewing technology to improve the quality of the products, i.e., their level of popularity.

The manuscript of **Zsófia Fekete-Frojimovics** and her fellow authors also explores the subject of organoleptic tests. During the course of their research, the taste recognition abilities of trained and lay judges tasting the foods were determined, i.e., the taste threshold limit values („LOD”) of the people involved in the experiment, by eliminating other stimuli through smell and sight during the experiments. It has been found that the taste recognition ability can also be influenced by the sight, in the case of certain people and basic tastes.

The topic of the work of **Géza Ripka** and **Anna Rónai** seems to be unusual: the results of authority measures regulating chemical plant protection in order to ensure the safety of honey bees are examined by the authors. However, bee safety includes not only animal protection and animal health relationships, since good agrochemical practice can reduce the amount of pesticide residues in honey through the protection of the bees, and this has food safety significance as well.

**Katalin Zay** et al. carried out rheological investigations in the confectionery industry. In the central and eastern parts of Europe, poppy is a popular food ingredient. Poppy seeds were added to various chocolate products without grinding or as poppy seed flour. The working group established the relationship between the poppy added to the chocolates and the rheological properties of the products. Their tests were also supplemented by consumer sensory analyses.

I hope that we were successful in selecting articles that are interesting to our readers for our summer issue, and I wish you a good reading, as well as pleasant relaxation and a good rest during the upcoming vacations on behalf of the editorial board of the Journal of Food Investigation:

**Dr. Tamás János Szigeti**  
editor-in-chief

HU ISSN 0422-9576

Tájékoztatjuk kedves olvasóinkat, hogy a cikkeken szereplő táblázatokban és ábrákban a tizedes-értékeket ponttal választjuk el az angolszász helyesírás szerint. We inform our dear readers that a decimal point is designated for the decimal mark (in the tables and figures) in the articles, according to the Anglo-Saxon convention.

Címlapfotó / Cover photo: Shutterstock

<sup>1</sup> József Attila: Nyár<sup>1</sup> Attila József: Summer





A kép illusztráció / Picture is for illustration only  
Fotó/Photo: Shutterstock

Tölgyesi Ádám<sup>1</sup>, Pálffi Éva<sup>1</sup>, Horváth Tímea<sup>1</sup>, Lipcsei Viktória<sup>1</sup>

Érkezett: 2017. november – Elfogadva: 2018. március

## Nagyhatékonyságú szermaradék-vizsgálat: antibakteriális szerek meghatározása élelmiszerekből folyadékkromatográfiás szűrő és megerősítő módszerekkel

**Kulcsszavak:** állatgyógyszer-maradékok vizsgálata, szűrőmódszer, megerősítő módszer, folyadékkromatográfia szulfonamidok, kimutatási képesség (CC $\beta$ ), döntési határ (CC $\alpha$ ), trimetoprim (diaminopirimidin), béta-laktámok, makrolidok, tetraciklinek, kinolonok, linkomicin (linkóزاميد) griseofulvin, szulfadimetoxin, szulfadoxin, szulfakvinoxalin, szulfaklórpiridazin, szulfametazin, szulfametoxazol, szulfadiazin, szulfatiazol és trimetoprim, tilozin, tilmikozin, spiramicin, eritromicin, neomicin, dihidrosztrepptomycin, sztreptomycin, apramicin, kanamicin, gentamicin és spektinomicin amoxicillin, ampicillin, penicillin G, penicillin V, oxacillin, nafcillin, kloxacillin, dikloxacillin, újgenerációs cefalosporinok (cefkinom, ceftiofur, cefalónium, cefazolin, cefapirin, cefalexin, cefoperazon, klórtetraciklin, 4-epi-klórtetraciklin, oxitetraciklin, 4-epi-oxitetraciklin, tetraciklin, 4-epi-tetraciklin, doxiciklin, difloxacin, orbifloxacin, szarafxacin, ofloxacin, marbofloxacin, enrofloxacin, ciprofloxacin, danofloxacin, norfloxacin, oxolinsav, nalidixsav, flumekvin, linkomicin,

### 1. Összefoglalás

Magyarországon a 10/2002 (I.23.) FVM rendelet írja elő és határozza meg az élelmiszer toxikológiai megfigyelő vizsgálatokat és ellenőrzéseket (monitoring vizsgálatok), azok menetét és az adott évi monitoringterv elkészítésének folyamatát. A monitoring-mérések hatékonyságát növeli, hogyha a hangsúlyt elsődlegesen a szűrővizsgálatokra (screening) helyezzük, és a kifogásolható minták elemzésére független megerősítő (konfirmációs) eljárásokat alkalmazunk. Ezáltal lehetőség nyílik egy egyszerűbb, gyorsabb és olcsóbb szűrő jellegű méréssel megkülönböztetni a negatív mintákat a szermaradék-tartalmúaktól, illetve nagyobb bizonyossággal lehet a mintákat minőségileg és mennyiségileg értékelni pozitív esetén.

Jelen közlemény célja antibakteriális szerekre kidolgozott vizsgálati koncepció bemutatása, amely magába foglal egy többkomponeszes szűrőmódszert és ettől független megerősítő méréseket B1 típusú engedélyezett szerekre. A szűrőmódszer lehetővé tesz 54, szermaradék határértékkel rendelkező, komponens és a griseofulvin szimultán azonosítását és szemi-kvantitív értékelését állati eredetű szövetekből (izom, máj és vese), tejből, tojásból és mézből folyadékkromatográfiás hármas kvadrupol rendszerű tandem tömegspektrometriai módszerrel.

A szűrőmódszerrel detektált célkomponenseket folyadékkromatográfiás megerősítő vizsgálatokkal azonosítjuk és optikai vagy tandem tömegspektrometriai detektálással értékeljük. A szűrőmódszerrel e közlemény benyújtásának időpontjáig közel 1800 mintát elemeztünk. Valamilyen szermaradék 24 monitoringmintában volt kimutatható. A szennyezések a megerősítő vizsgálatok során is detektálhatók voltak. Az így kialakított vizsgálati stratégia nemzetközi körvizsgálatban is többször igazolta hatékonyságát.

<sup>1</sup> Nemzeti Élelmiszerlánc-biztonsági Hivatal, Élelmiszer- és Takarmánybiztonsági Igazgatóság, Élelmiszer Toxikológiai Nemzeti Referencia Laboratórium, 1095 Budapest, Mester utca 81.



## Előszó

Domány Gábor a NÉBIH ÉTbI Élelmiszer Toxikológiai NRL laboratóriumvetetője volt. A közleményben bemutatott vizsgálati koncepciót az ő szakmai támogatásával is alakítottuk az elmúlt évek során. Jelen közleménnyel Gáborra szeretnénk emlékezni.

## 2. Bevezetés

Az elmúlt évtizedekben az analitikai kémia fejlesztési irányai olyan irányba tolódtak el, hogy minél több komponenst lehessen minél rövidebb idő alatt meghatározni. A folyadékkromatográfiás (Liquid Chromatography – LC) mérések során ezek a követelmények úgy valósultak meg, hogy az ultra-nagyhatékonyságú folyadékkromatográfiái (Ultra High Performance Liquid Chromatography – UHPLC) módszerekkel percek alatt lehet gyógyszerkészítmények hatóanyagait és szennyezéseit meghatározni [1]. Az összetettebb minták vizsgálata során pedig az LC-hez kapcsolt tömegspektrometriai detektorokkal, mint a folyadékkromatográfiás hármass kvadrupól rendszerű tandem tömegspektrometria (liquid chromatography – tandem mass spectrometry – LC-MS/MS), lehet nagyszámú célkomponenst egymás mellett meghatározni viszonylag rövid idő alatt [2].

2007-ben az Európai Unió (EU) Átmeneti Támogatású projekt (Transition Facility) keretében a Nemzeti Élelmiszerlánc-biztonsági Hivatal Élelmiszer- és Takarmánybiztonsági Igazgatóság (NÉBIH ÉTbI), Élelmiszer Toxikológiai Nemzeti Referencia Laboratóriumába került LC-MS/MS készülékkel elkezdődhetett az állatgyógyászati szerek monitoringvizsgálatainak kiterjesztése az addig még nem vizsgált célkomponensekre. Az LC-MS/MS méréseket kiegészítve optikai elven alapuló detektálású eljárásokkal, mint HPLC-DAD (diódasoros ultraviola detektálás) és HPLC-FLD (fluoreszcenciás detektálás) az engedélyezett szerek hét fő csoportjára és a griseofulvinra (grizin) dolgoztunk ki megerősítő eljárásokat. A fő vizsgálati irányok magukba foglalják a szulfonamidok, a trimetoprim (diaminopirimidin), a béta-laktámok, a makrolidok, a tetraciklinek, a kinolonok, a linkomicin (linkóزامid) és a griseofulvin meghatározásait (1. táblázat). Az EU-n belül megkülönböztetünk „A” és „B” csoportos komponenseket. Az „A” csoportos vegyületek tiltott szerek, megengedhető szermaradék határértékkel (Maximum Residue Limit – MRL) nem rendelkeznek. A „B” csoportban találhatók az MRL-lel rendelkező engedélyezett komponensek, ezen belül a „B1” csoportba tartoznak az antibakteriális szerek, amelyeket antibiotikum csoportonként további csoportokba soroltak [3]. A monitoring vizsgálatokra vonatkozó rendelet lehetővé teszi a B1 csoportba tartozó összes komponens egy mintából történő meghatározását [4].

2016-ra a megerősítő mérések mellé kifejlesztettünk egy többkomponenses LC-MS/MS alapú screening módszert, ami lehetővé teszi a fent felsorolt kompo-

nensek egyidejű meghatározását élelmiszerekből. A szűrőmódszer lényege a célkomponensek azonosítása a mintákban és azok szemi-quantitatív értékelése. Amely mintákban kimutatható a célkomponens jelenléte, a megerősítő elemzés a screening módszertől különálló konfirmációs módszerrel történik. Korábban a megerősítő módszereket alkalmaztuk a monitoring mérések során, viszont ezeket az eljárásokat csak egy antibiotikum-csoportra dolgozták ki, így szűrőmódszerként nem annyira hatékonyak, mint egy többkomponenses eljárás, amely több csoport szimultán vizsgálatát biztosítja, így növeli a hatékonyságot. A többkomponenses LC-MS/MS szűrőmódszer előnye más screening vizsgálatokhoz képest, mint például az immunanalitikai eljárások, hogy a mérendő komponensek száma kiterjeszthető, a szelektivitás és az azonosítás az MS/MS detektálás révén biztosított, és jóval egyszerűbb minta-előkészítést igényel. Ugyanakkor az LC-MS/MS screening vizsgálat során a nagyszámú és eltérő szerkezetű molekulák szimultán vizsgálatából kifolyólag nem lehet olyan eljárást kidolgozni (ez nem is feltétlenül cél), amely minden komponensre optimális. Így sem az extrakció hatásfoka, sem a kromatográfiás felbontás nem lesz minden komponensre kielégítő. A mintatisztítás (pl.: folyadék – folyadék extrakciós vagy szilárd fázisú extrakciós) kivitelezését is nehezítik a célkomponensek eltérő fizikai-kémiai tulajdonságai, ezért sokszor LC-MS/MS screening során nem is alkalmazunk minta-tisztítást (clean-up), hanem az ún. „dilute-and-shoot” eljárást követve a mintát csak extraháljuk és az extraktumot hígítást és fecskendőszűrést követően injektáljuk az LC-MS/MS-be [5]. A mintatisztítás elhagyásával ugyanakkor a háttér mátrixvegyületek száma és koncentrációja nem csökkenthető a műszeres mérést megelőzően, ami növeli a mátrixhatást (ion elnyomás/erősítés) az MS/MS készülék ionforrásában, ezzel lényegesen befolyásolja a mennyiségi értékelést. Ez is az oka annak, hogy a „dilute-and-shoot” eljárások csak szűrővizsgálatra alkalmazhatók, kivéve, ha a mátrixhatás kompenzálására izotóphígítást tudunk alkalmazni [6].

A közleményünk célja a NÉBIH ÉTbI Élelmiszer Toxikológiai Nemzeti Referencia Laboratóriumában újonnan bevezetett, antibakteriális szermaradékokra vonatkozó vizsgálatainak gyakorlat bemutatása reprezentatívnak számító mintaszám elemzését követően. A többkomponenses LC-MS/MS szűrővizsgálat monitoringmérésekben történő alkalmazása óta (2017. április) közel 1800 mintát elemeztünk a közlemény benyújtásának időpontjáig. Dolgozatunkban csak vázlatosan részletezzük a mérési eljárásokat, a módszerek teljes leírását a hivatkozások tartalmazzák, célunk inkább a vizsgálati koncepció ismertetése és az ezzel elért eredmények közlése.

## 3. Vizsgálati módszerek

A többkomponenses antibiotikum módszer kidolgozásánál a legnagyobb nehézséget a célvegyületek eltérő polaritása (hidrofobicitása) jelenti. Amíg például az aminoglikozid típusú molekulák hidrophil, vízoldható komponensek, addig egyes antibiotikumok hidrophób, apoláris jellegű vegyületek és/vagy vizes közegben instabilak (pl.: makrolidok, béta-laktámok). További komplikációt jelent a közeg kémhatására való érzékenység, szintén az aminoglikozidok és a makrolid/béta-laktám csoportok egymástól eltérő jellege miatt. Az előbbi csoport erősebb savas pH-n (<1) extrahálható jól, ezzel szemben az utóbbi két-  
tő érzékeny az alacsony pH-értékű közegre. Az extrakciós közeg összetételét ebből következően olyan kompromisszummal kell kidolgozni, amely a veszteségek ellenére is lehetővé teszi, a szermaradékok fél MRL értéken vagy az alatti reprodukálható kimutatását. Továbbá, a mintaelőkészítést követő folyadékkromatográfiás elválasztás során a mozgófázishoz olyan módosító komponenst (ionpárpépző reagenst) kell adagolni, amely lehetővé teszi a hidrophil komponensek visszatartását fordított fázisú elválasztás során és így a többkomponenses szűrővizsgálati eljárás egy injektálással kivitelezhető [2].

A megerősítő módszerek már csoportspecifikusak, így a célkomponensek kinyerése és a minták tisztítása már illeszkedik a feladathoz („fit for purpose”), a műszeres meghatározás a vegyületecsoportra optimálható, ezáltal a vizsgálatok szelektívek, pontosak és reprodukálhatók lesznek, és kielégítik a konfirmációs mérésekre vonatkozó követelményeket [7]. A megerősítő módszerek esetén érdemes megemlíteni, hogy az optikai detektorok, akár az UV (UV-VIS spektrofotometriás detektor) vagy az FLD (fluoreszcenciás detektor) alkalmazhatók engedélyezett szerek vizsgálata során [7]. Az optikai detektorok használata nem egy esetben jobbnak bizonyul a tömegspektrometriai detektáláshoz képest, mert a mennyiségi értékeléshez az optikai detektorok nem igényelnek izotópjelölt belső standardokat (internal standard – ISTD) [8]. Bár az izotóphígításos tömegspektrometria (isotope dilution mass spectrometry - IDMS) az egyik legjobb kvantitatív értékelési forma, mégis kevés vegyület esetén érhető el stabil izotópjelzett analóg, amely a célkomponenst ért mátrixhatásokat hivatott kompenzálni az MS detektálás során, így javítva a mennyi-

ségi meghatározást [2]. Konkrét példaként említhető a tetraciklinek meghatározása élelmiszerekből az EU által előírt 100 µg/kg (izom, tej), illetve 600 µg/kg-os (vese) szinten. A tetraciklinek UV detektor alkalmazásával nagyobb, szelektívebb hullámhosszon (365 nm) mérhetők, de MS/MS készülékkel is vizsgálhatók. Az utóbbi esetén izotópjelölt ISTD nem érhető el kereskedelmi forgalomban mindegyik komponensre, de költséghatékonyság szempontjából használatuk indokolatlan lenne. A mennyiségi értékeléshez ezért LC-MS/MS alkalmazása esetén mátrixra illesztett kalibráció szükséges, hogy az ionforrás válaszeljének változását kompenzálhassuk. Viszont a mátrixra illesztett kalibrációval nem minden esetben lehetséges teljes mértékben kompenzálni a mintában lévő mátrixhatást, főképp az összetettebb mintákban, pl. májban, így az optikai detektálás, amely során mátrix nélküli oldószerből vesszük fel a kalibrációt, megfelelőbbnek bizonyul [8].

## 3.1 Többkomponenses LC-MS/MS szűrőmódszer

A mintaelőkészítés és az analízis ellenőrzésére ötkomponenses (szulfapiridin, trimetoprim-d9, roxitromicin, penicillin-G-d7 és metaciklin) kísérő standard keverékkel adalékoljuk a mintákat az extrakciót megelőzően. A kísérő standardok visszanyerése a mintákból igazolja a mérés jóságát. A szövet- és tojásmintákat (2,0 g) acetonitril – 0,01 M oxálsavat tartalmazó víz (25/75, v/v) eleggyel (10 mL) extraháljuk, és a tiszta felülúszót fecskendőszűrővel HPLC vial-ba szűrjük. A tejmintákat (5,0 g) McIlwain pufferrel hígítjuk (5,0 mL) és centrifugálást követően szilárd fázisú extrakcióval (solid phase extraction - SPE) tisztítjuk és dúsítjuk. A méz mintákat (5,0 g) 0,1% (v/v) heptafluoro-vajsavat (heptafluorobutíric acid – HFBA) tartalmazó vízben (10 mL) oldjuk és hidrolizáljuk, majd SPE-vel tisztítjuk és dúsítjuk. Az SPE során nagy szemcseátmérőjű fordított fázisú kopolimer patronokat (pl.: Strata-XL, 100 µm), és ionpárpépző reagensként 0,1% (v/v) HFBA oldatot alkalmazunk. Az ionpárpépző szer a poláris aminoglikozidok visszatartása érdekében szükséges.



A kép illusztráció / Picture is for illustration only  
Fotó/Photo: Shutterstock



Az így előkészített mintákban a célkomponenseket héjszerkezetű C18-as HPLC oszlopon választjuk el ionpár-kromatográfiát alkalmazva (**1. ábra**). A mozgófázis 0,1% (v/v) HFBA-t tartalmazó víz – acetonitril (90/10 v/v) elegye lineáris gradiens elúcióval. A célvegyületeket elektroforasztásos ionizációt (electrospray ionisation – ESI) követően MS/MS készülékkel detektáljuk (**2. táblázat**) pozitív ionmódban (ESI+) és MRM (Multiple Reaction Monitoring) pásztázási móddal. A **2. táblázatban** szereplő ionátmeneteket a csoport specifikus megerősítő módszerekben is alkalmazzuk.

### 3.2 Megerősítő mérések

#### 3.2.1 Szulfonamidok és a trimetoprim meghatározása

Vizsgált komponensek: szulfadimetoxin, szulfadoxin, szulfakvinoxalin, szulfaklórpiridazin, szulfametazin, szulfametoxazol, szulfadiazin, szulfatiazol és trimetoprim. Mivel a szulfapiridint nem alkalmazzák állatterápiában, kísérő standardként alkalmazhatjuk, hiszen ez a komponens nagy valószínűséggel nem szennyezi az állati eredetű élelmiszereket. A mintákat (5,0 g), a méz kivételével, diklór-metánnal extraháljuk és normál fázisú, szilikagél SPE-vel tisztítjuk. A vizes eluátumot etil-acetáttal folyadék-folyadék fázisban extraháljuk, és a szerves fázist gyűjtjük. Egy oldószercserét követően HPLC-DAD-dal ( $\lambda = 267$  nm) határozzuk meg a szulfonamidokat. A mézmintákat (5,0 g) hangyasavas vagy ecetsavas (5%, v/v) víz-

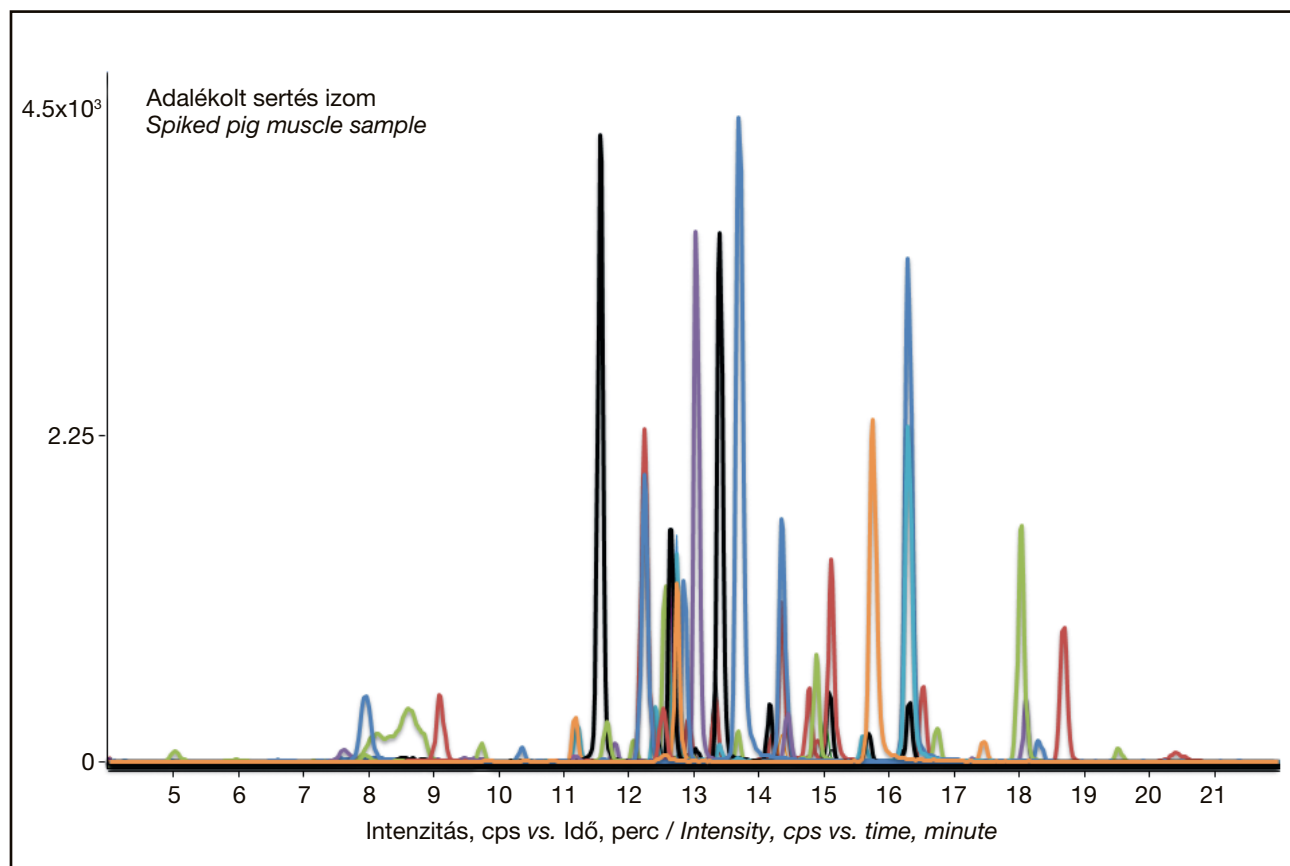
ben oldjuk és hidrolizáljuk, majd kopolimer SPE-vel tisztítjuk. A vizsgálatokhoz HPLC-FLD-t ( $\lambda_{ex} = 420$  nm,  $\lambda_{em} = 480$  nm) vagy LC-ESI(+)-MS/MS-t alkalmazunk. Az LC-MS/MS lehetővé teszi a szulfonamidok és a trimetoprim szimultán meghatározását. Amennyiben a tesztminta nem méz, LC-MS/MS rendszerrel vizsgálva a mintát elegendő (2,0 g) acetonitrillel extrahálni. Oldószercserét követően az extraktum az LC-MS/MS rendszerbe injektálható. A trimetoprim meghatározásához izotóphígításos tömegspektrometriát (IDMS) alkalmazunk, a mintát trimetoprim-d9 ISTD-vel adalékoljuk [9].

#### 3.2.2 Makrolidok meghatározása

Vizsgált komponensek: tilozin, tilmikozin, spiramicin és eritromicin. A mintákat vizes TRIS pufferrel (0,1 M, pH = 10) extraháljuk és az extraktumot kopolimer SPE-vel tisztítjuk. A mintákat LC-ESI(+)-MS/MS-sel vizsgáljuk savas kémhatású eluenssel C18-as állófázison [10].

#### 3.2.3 Aminoglükozidok meghatározása

Vizsgált komponensek: neomicin, dihidrosztreptomycin, sztreptomycin, apramicin, kanamicin, gentamicin és spektinomycin. A mintákat (2,0 g) vizes triklór-ecetsavval (5%, m/m, pH=1) extraháljuk, majd közvetlenül injektálhatjuk az LC-ESI(+)-MS/MS készülékbe. Minta-tisztítás esetén alkalmazhatunk kopolimer SPE oszlopot és ionpár-képzőként HFBA-t. A HPLC elválasztás is ionpár-kromatográfiával történik, az eluens



1. ábra: Adalékolt ( $\leq 0,5 \times \text{MRL}$ ) sertés izom minta LC-MS/MS szűrőmódszerrel felvett kromatogramja.  
Figure 1: Chromatogram of a spiked ( $\leq 0,5 \times \text{MRL}$ ) pig muscle sample recorded by an LC-MS/MS screening method

0,1% (v/v) HFBA-t tartalmazó víz – acetonitril (90/10 v/v) lineáris gradiens elúcióval, az állófázis fordított fázisú C18-as [11].

#### 3.2.4 Béta-laktámok meghatározása

A béta-laktámok vizsgálata magába foglalja a klasszikus penicillinek (amoxicillin, ampicillin, penicillin G, penicillin V, oxacillin, nafcillin, kloxacillin és dikloxacillin) és az újgenerációs cefalosporinok (cefkvinom, ceftiofur, cefalónium, cefazolin, cefapirin, cefalexin és cefoperazon) együttes mérését élelmiszerekből. A mintákat (2,0 g), tej kivételével, foszfát pufferrel (pH=6 vagy 8) vagy acetonitril – víz (50/50 v/v) eleggyel extraháljuk. Utóbbival a cefalosporinok jobban kinyerhetők a mintából. A mintákat SPE-vel tisztíthatjuk vagy közvetlenül injektálhatjuk az LC-ESI(+)-MS/MS rendszerbe. A tejmintákat (5,0 g) vízzel hígítjuk (1:1 v/v), centrifugáljuk és utána kopolimer SPE-vel tisztítjuk és koncentrálnak. A penicillin G meghatározása IDMS-sel történik a minta penicillin G-d7 ISTD-vel történő hígítása után [12]. Az elválasztást savas kémhatású eluenssel C18-as állófázison végezzük.

#### 3.2.5 Tetraciklinek meghatározása

Vizsgált komponensek: klórtetraciklin, 4-epi-klórtetraciklin, oxitetraciklin, 4-epi-oxitetraciklin, tetraciklin, 4-epi-tetraciklin és doxiciklin. A mintákat (5,0 g) McIlwain pufferrel (pH = 4) extraháljuk és az extraktumot fordított fázisú (C-18 vagy kopolimer) SPE-vel tisztítjuk. Az így előkészített mintákat HPLC-DAD-dal ( $\lambda = 365$  nm) vagy LC-ESI(+)-MS/MS-sel határozzuk meg savas kémhatású eluenssel és héjszerkezetű C-18-as HPLC oszlopot alkalmazva [8]. UV detektálás esetén turner mozgófázis (metanol/acetonitril/vizes oxálsav) alkalmazása szükséges a megfelelő kromatográfiás felbontás eléréséhez.

#### 3.2.6 Kinolonok meghatározása

Vizsgált komponensek: difloxacin, orbifloxacin, szarafloxacin, ofloxacin, marbofloxacin, enrofloxacin, ciprofloxacin, danofloxacin, norfloxacin, oxolin-sav, nalidixsav és flumekvin. A mintákat (5,0 g) foszfát pufferrel extraháljuk és az extraktumot C18-as SPE oszlopon tisztítjuk, majd HPLC-FLD-vel ( $\lambda_{ex} = 260/280$  nm,  $\lambda_{em} = 366/450$  nm) C18 fordított fázison határozzuk meg a célkomponenseket [13]. Annak ellenére, hogy a kinolonokat LC-MS/MS rendszerrel nagy szelektivitás és érzékenység mellett lehet mérni, ezt az elválasztástechnikát mégsem tekinthetjük a legalkalmasabbnak, mert a mennyiségi értékelést a mátrixhatás nagymértékben befolyásolta az IDMS (isotope dilution mass spectrometry - IDMS) alkalmazása nélkül.

#### 3.2.7 A linkomicin meghatározása

A linkomicin a linkozamidok csoportjába tartozik. Jól extrahálható tiszta acetonitrillel a tesztmintából, majd egy oldószercserét követően vizes ecetsav oldatban

(pH = 4,7) tisztítható kationcserélő SPE oszlopon. A linkomicint LC-ESI(+)-MS/MS-sel izokratikusan választjuk el héjszerkezetű C18 HPLC kolonnán savas pH-értékű eluens alkalmazásával [14].

#### 3.2.8 A griseofulvin meghatározása

A grizin is extrahálható acetonitrillel, majd közvetlenül tisztítható C18-as SPE oszlopon. Mennyiségileg HPLC-DAD-dal ( $\lambda = 290$  nm) vizsgáljuk C18-as HPLC oszlopon savas kémhatású eluenssel.

### 4. Eredmények és értékelésük

#### 4.1 A módszerek validálása

Az állatgyógyászati szerek vizsgálatára irányuló szűrőmódszerek validálására az Európai Unió Referencia Laboratóriumai (European Union Reference Laboratory – EU-RL) 2010-ben adtak ki egy egységes eljárást [15]. Ennek első melléklete szerint a szermaradékok vizsgálati módszereit az alábbiak szerint is validálhatjuk: válasszunk ki húszt különböző vak mintát (pl.: húszt különböző mézmintát) és elemezzük őket párhuzamosan: adalékolással (spike) és adalékolás nélkül is. Az adalékolás szintje az MRL érték fele, vagy annál kevesebb legyen. Amennyiben a húszt, adalékolt mintában detektált jel tartománya (komponensenként) nincs átfedésben a 20 db vak mintákban detektált jel tartományával adott célvegyület retenciós időablakában, úgy az adott komponensre a módszer validáltnak tekinthető. A küszöbértéket (cut-off) az adalékolt minták legkisebb válaszjeleként komponensenként adhatjuk meg. Az analitikai válaszjel dimenziója általában abszorbanancia vagy beütésszám lehet. A kimutatósi képesség (detection capability – CC $\beta$ ) ez esetben pedig a validálás során beállított adalékolási szinttel ( $\leq 0,5 \times \text{MRL}$ ) egyenlő. A CC $\beta$ -nak több definíciója is ismert; szűrőmódszer esetén a CC $\beta$  a mintában a célkomponens azon koncentrációja, amely  $\beta$  hiba mellett mutatható ki az adott vizsgálati módszerrel. B csoportos vegyületekre a megengedett hiba screening eljárások esetén 5%, tehát  $\beta=5$ . A kimutatósi képesség számolását az EU 2002/657/EC rendelete a megerősítő módszerek esetén is előírja [7]. Ugyanakkor a konfirmációs módszerekre vonatkozó képlettel számolható CC $\beta$  mindig magasabb, mint a megerősítő módszer döntési határa (decision limit – CC $\alpha$ ), ami elvileg hibás, mert a CC $\beta$ -nak kisebbnek kell lennie az MRL értékénél. A CC $\alpha$  határértékkel rendelkező komponensek esetén mindig magasabb az MRL-nél:  $\text{CC}\alpha = \text{MRL} + 1,64 \times S_{\text{MRL}}$ , ahol  $S_{\text{MRL}}$  az MRL értékre adalékolt 20 db minta szórása a validálás során. A rendelet felülvizsgálata során a megerősítő módszerek esetén a CC $\beta$  értékelését felfüggesztik, és a konfirmációs eljárásoknál csak a CC $\alpha$  értékének megadása lesz kötelező. Az **1. táblázat** a többkomponenses LC-MS/MS szűrőmódszer kimutatósi képességeit mutatja különböző mátrixokban komponensenként. A validálás minden komponensre teljesült, viszont a neomicin és a gentamicin kinyerése alacsonynak bizonyult, aminek oka a gyengébb savas extrakciós közeg.

A mézminták validálását a méhek kezelésére alkalmas állatgyógyszerekre (tetraciklinek, szulfonamidok, aminoglükozidok közül főképpen a sztreptomycin) végeztük el a linkomicin és a griseofulvin meghatározásával kiegészítve. Az első három csoportra az EU-RL (ANSES, Fougères, Franciaország) ajánlott értékeket határozott meg mézben 20 µg/kg és 50 µg/kg között [16]. Az antibiotikumok a mézelő méhek nyúlós költésrothadása (American vagy European foulbrood) ellen lehetnek hatásos szerek, azonban az Európai Unió területén használatukat egyelőre nem engedélyezik [17], így mézre vonatkozóan nem rendelkeznek rendeltetben előírt határértékkel. A mézek állatgyógyszer-tartalmának szabályozása ügyében előrelépést jelenthet a 2013-ban megjelent Codex ajánlás MRL felállítására mézben [18]. Az EU-RL által ajánlott 20 µg/kg érték a makrolid csoportra, eritromicinre és tilozinra is vonatkozik. Ugyanakkor ezek a komponensek a legújabb tanulmányok szerint a mézben gyorsan metabolizálódnak, és így csak a bomlástermékeik (anhydroeritromicin, eritromicin-énol-éter és desmikozin) mutathatók ki [19], [20], amelyekre viszont egyelőre nem létezik ajánlott érték. E metabolitok vizsgálatára méréseinket még nem terjesztettük ki.

A megerősítő módszerek validálása a fent említett 2002/657/EC rendelet alapján történik [6]. Ez esetben lényegesen több analitikai teljesítményjellemzőt kell meghatározni, mint például szelektivitás, azonosítás, pontosság, reprodukálhatóság, linearitás, CC<sub>α</sub> stb. Új paraméterként jelenik meg az útmutató felülvizsgálatakor a mátrixhatás értékelése, ami tömegspektrometriás detektálás esetén lesz szükséges. Közleményünkben a megerősítő módszerek döntési határait (CC<sub>α</sub>) adtuk meg komponensenként mátrixtól függően. Azokra az új komponensekre, melyek validálás előtt állnak, a meghatározási határt (Limit of Quantification – LOQ) közöltük (1. táblázat).

#### 4.2 Nemzetközi körvizsgálat

Az élelmiszer antibiotikum vizsgálatok EU-RL szerepéről az EU-RL (Fougères, Franciaország) laboratórium tölti be. Az általuk szervezett körvizsgálatokban (Proficiency Test – PT), amelyekben a részvétel kötelező a tagállamok nemzeti referencialaboratóriumainak (National Reference Laboratory – NRL), a minták szűrő és megerősítő méréseit külön kell választani, értékelni és közölni. A hatósági laboratóriumoknak korábban csoport-specifikus körvizsgálatokat kellett végezniük (pl. tetraciklinek kimutatása sertés izomban, vagy béta-laktámok meghatározása tejben), napjainkban viszont olyan minták elemzése szükséges, amelyek eltérő antibiotikum-csoportba tartozó antibakteriális szerekkel szennyezettek (pl.: B1-es antibiotikumok vizsgálata tojásban vagy izomban). A 2016-os és a 2017-es jártassági tesztekben már a többkomponenses LC-MS/MS módszert alkalmaztuk a minták szűrővizsgálataihoz.

A 2016-os jártassági vizsgálatokban négy méz minta antibiotikum-tartalmát kellett meghatároznunk, ame-

lyek közül egy volt negatív. A többi három mintában különböző állatgyógyszer maradványokat detektáltunk. Az első mintában szulfatiazol, a másodikban tetraciklint és 4-epi-teraciklint, míg a harmadik mintában szterptomocint mutattunk ki. A szűrőmódszerrel a komponensek azonosítása megfelelő volt, az LC-MS/MS alapú megerősítő mérésekkel azonos komponenseket lehetett kimutatni, míg a vak minta nem tartalmazott antibiotikumot a megerősítő mérések során (3. táblázat). A konfirmációs mérésekkel detektált koncentrációk megfelelők voltak. A szulfatiazol esetén az LC-MS/MS méréssel kapott 4,76 µg/kg-os értéket közöltük, a HPLC-FLD detektálással mért 6,0 µg/kg-os értéket nem tudtuk megadni. Ugyanakkor az optikai detektorral kapott magasabb érték bizonyult jobbnak a jártassági tesztet szervezők jelentése alapján. A szulfatiazol értékelése LC-MS/MS mérés esetén IDMS nélkül, mátrixra illesztett kalibrációs módszerrel történt. A detektált kisebb érték a mátrixra illesztett kalibrációs minták és a körvizsgálati mintában lévő eltérő mátrixhatással magyarázható: amennyiben a tesztmintában nagyobb az ionelnyomás (mátrixhatás), mint a kalibrációs mintákban, akkor az a tesztminta szennyezőinek alulméréséhez vezet. IDMS hiányában a kalibrációval nem tudtuk kompenzálni a mennyiségi értékelést döntően befolyásoló mátrixhatást, ami a készülék ionforrásában lép fel a háttér komponensek hatására. Ezt a feltételezést támaszthatja alá, az hogy az optikai (FLD) detektálás esetén sikerült az elfogadhatósági tartományon (5,7 µg/kg – 14,7 µg/kg) belüli értéket kapni.

Az optikai detektálást ugyanis nem befolyásolják a háttér mátrixok, amennyiben nincs fluoreszcens jelük azokon hullámhosszakon, amelyeken a célkomponenseket detektáljuk.

A 2017-es körvizsgálat során feladatunk édesvízi halakban található antibakteriális szerek vizsgálata volt B1 csoportos komponensekre. Az LC-MS/MS screening vizsgálat során négy kiadott minta közül az egyes sorszámú mintában nem detektáltunk célvegyületet. A többi minta viszont szennyezett volt: a második mintában oxitettraciklint és 4-epi-oxitettraciklint mutattunk ki, a harmadik mintában szulfadiazint és trimetoprimet detektáltunk, és az utolsó minta pedig oxolinsavat tartalmazott. Az oxitettraciklin megerősítésére HPLC-DAD módszert alkalmaztunk, míg az oxolinsav kimutatására HPLC-FLD technikát. A szulfadiazin és a trimetoprim konfirmációs vizsgálatához LC-MS/MS-t használtunk (3. táblázat). A körvizsgálat értékelése még folyamatban van.

A tetraciklinek és kinolonok mérése során az optikai detektálást részesítettük előnyben [7], mert így nem volt szükség IDMS-re a pontos koncentráció meghatározásához. Az eredmények benyújtását követően az oxitettraciklinnel szennyezett és az oxolinsavat tartalmazó mintákat LC-MS/MS-sel is vizsgáltuk. Az oxitettraciklin mérése során a HPLC-DAD és az LC-MS/MS technikával folytatott mérések mintaelőkészítési lépései teljesen megegyeztek, a mintákat mátrixra illesztett kalibrációval értékeltük.

A kalibrációt pontyból származó mátrixszal vetjük fel, a körvizsgálati minta típusa ismeretlen volt. AHPLC-DAD technikával detektált értékek: 33,6 µg/kg 4-epi-oxitettraciklin és 81,8 µg/kg oxitettraciklin. A két párhuzamos mintával LC-MS/MS vizsgálathoz előkészített mintákban a 4-epi-oxitettraciklin 30,6 µg/kg-nak és 36,9 µg/kg-nak adódott, míg az oxitettraciklin koncentrációja 132 µg/kg és 232 µg/kg volt. A 4-epi-oxitettraciklin és az oxitettraciklin retenciós ideje között (5,8 perc és 6,5 perc) 0,7 perc van (2. ábra). Az epimer elúciós időablakában lévő háttér nem befolyásolta negatívan a komponens mennyiségi meghatározását, ugyanakkor az anyavegyülettel (oxitettraciklin) együtt a készülék ionforrásába érkező mátrixok már lényegesen és reprodukálhatatlanul befolyásolták az oxitettraciklin jelét. A mátrixra illesztett kalibrációval nem tudtuk kompenzálni a tesztmintában előálló mátrixhatást, ami kisebb ionelnyomást mutatott a kalibrációs mintákban tapasztalt mátrixhatáshoz képest, így a jártassági tesztmintában detektált koncentrációt magasabbnak találtuk. Ezen felül a tesztmintában lévő mátrixhatás a párhuzamos mintákban nem volt ismételhető, így a későbbiekben további minta-tisztítási lépés vagy IDMS használata lehet szükséges az LC-MS/MS technika alkalmazása során. A HPLC-DAD-dal detektált értékre számolt Z-score-érték -1,3-nak adódott, tehát a megfelelő tartományba esett.

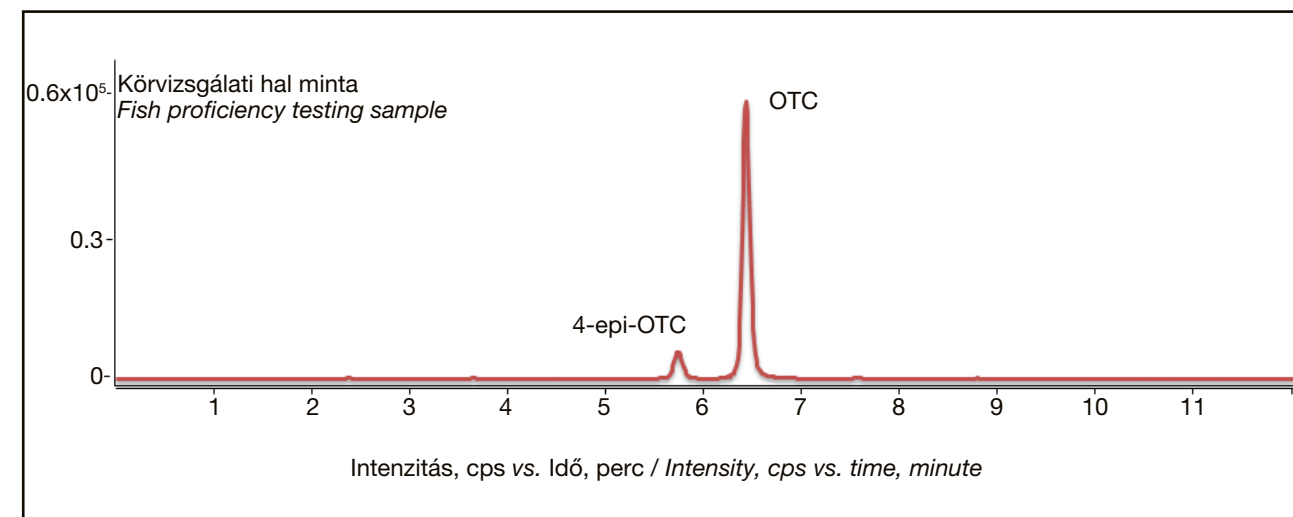
Az oxolinsavat tartalmazó mintát LC-MS/MS rendszerrel vizsgálva a koncentráció 2,5-szer nagyobb-nak adódott az FLD detektálással kapott értékhez képest. A fluoreszcenciás detektorral mért 105 µg/kg-os érték a valószínűbb, mert az optikai detektálást interferencia nem befolyásolta, így a mennyiségi értékelés pontosságát elégségesnek tekintettük. A 105 µg/kg-os értékre számolt Z-score-érték -0,9 lett, így az oxalinsavval szennyezett minta vizsgálati eredményének értékelése is megfelelő volt. IDMS hiányában az oxolinsav kimutatása MS/MS

detektálással erős ionerősítést mutatott, ami következtében a mért koncentráció a hozzárendelt érték többszörösének adódott.

#### 4.3 Monitoringvizsgálat

A vizsgálati módszerek alkalmazhatóságát mindig a valódi minták (incurred) vizsgálata igazolhatja, ugyanis a validálások során többségében adalékolt és nem kezelt állatoktól származó mintákat elemzünk. A valódi minták esetén a célkomponensek a sejtek közti pórusokban vagy intracellulárisan helyezkednek el, ezzel szemben az adalékolt minták a felületükön hordozzák a célvegyületeket. Ez jelentős különbségeket okozhat a komponensek kinyerését illetően. A monitoringvizsgálatok során valódi szennyezést tartalmazó vagy vak mintákat elemzünk. A monitoringminták döntően állati eredetű szövetek (izom, máj és vese), illetve tej, tojás és méz. A kereskedelmi forgalomban beszerezhető kontrollminták is általában kezelt állatoktól származnak, ezek közül szulfakvinoxalinnal és szulfatiazollal szennyezett mézmintát elemeztünk a többkomponenses LC-MS/MS rendszer alkalmazásával (3. táblázat). A célkomponensek kimutathatók voltak és megerősítő vizsgálatuk is megfelelőnek bizonyult [9].

Az LC-MS/MS technika alkalmazásával a szűrőmódszer monitoring vizsgálatokba való bevezetése óta (2017. április) vizsgált közel 1800 minta elemzésének eredményei azt mutatják, hogy a leggyakoribb állatgyógyszer maradványok a tetraciklinek csoportjába tartoznak. A négy, jogszabályban határértékkel rendelkező tetraciklinszármazék közül az összes kimutatható volt különböző mintákban (3. táblázat). A szennyezett minták között sertés- és szarvasmarhaszövetek (izom, máj és vese) voltak, valamint egy libából származó izom. Egy tetraciklinel kezelt szarvasmarha vizeletében egy kortikoszteroid típusú vegyületet, a dexametazont is ki lehetett mutatni egy



2. ábra: Oxitettraciklint (OTC) és 4-epi-oxitettraciklint (4-epi-OTC) tartalmazó körvizsgálati hal minta LC-MS/MS megerősítő módszerrel felvett kromatogramja.  
Figure 2: Chromatogram of a fish proficiency testing sample containing oxytetracycline (OTC) and 4-epi-oxytetracycline (4-epi-OTC) recorded by an LC-MS/MS confirmation method



másik LC-MS/MS technikával [21]. Valószínű, hogy kombinált, több hatóanyagot tartalmazó gyógyszerrel kezelhették az állatot. A többi, szennyezett minta különböző antibakteriális szereket tartalmazott. A csirkeizomban enrofloxacin és ciprofloxacin (kinolon típusú antibiotikumok) mutattunk ki. Mézben pedig szulfadimetoxint (szulfonamid) és trimetoprimet (diaminopirimidin) detektáltunk egyidejűleg. A trimetoprim szerepe a készítményben a szulfonamid hatásának erősítése, így a trimetoprim maradékának vizsgálata mindenképpen szükséges a szulfonamidok mellett.

Ezt mutatja egy olyan szarvasmarhavesé elemzése is, amely szulfadiazint és mellette trimetoprimet is tartalmazott (3. táblázat). A béta-laktámok közül szarvasmarhavesében a penicillin G-t (benzilpenicillin) mutattunk ki. Az állati szövetmintákban a penicillinek még -20°C-on is instabilak [22]. A minta tíz nappal későbbi, újbóli mérése során a célkomponens már csak a fele mennyiségben volt kimutatható a -18°C-os tárolás ellenére is. A béta-laktám típusú állatgyógyszerekkel szennyezett mintákat pH=6-os közegben -70°C-on célszerű tárolni a hosszabb eltarthatóság érdekében [21].

Szarvasmarhatej-mintákban cefalóniumot, vagyis cefalosporint detektáltunk, amely a béta-laktámok közé tartozik. Ezen kívül tejben más antibakteriális szert nem találtunk. A vizsgált monitoringminták közül tojásban nem detektáltunk még szennyezést, illetve a célvegyületek közül makrolidot, linkomicint és griseofulvint nem azonosítottunk még mintában. Egy évvel a többkomponenses szűrőrendszer bevezetése óta elmondható, hogy a kimutatható szennyezést tartalmazó minták száma az elmúlt évekhez képest számottevően nőtt.

Ennek fő oka, hogy a mérések nem antibiotikum-csoport-specifikusak (pl.: béta-laktám vagy kinolon, stb.), hanem egy sok komponenses szűrővizsgálat következtében a B1 csoportba tartozó szerek nagy része egy vizsgálattal lefedhető. A módszer további előnye, hogy minimális az anyagköltsége, mert az előkészítés során csak extraháljuk a mintákat, és tisztítási lépés nélkül elemezzük azokat, így nincs

szükség például szilárd fázisú extrakcióra, ami lényegesen növelné az előkészítés idejét és költségeit. A költségek csökkentése mellett sikeresen növeltük a vizsgálatok hatékonyságát a többkomponenses szűrőrendszerrel.

### 5. A módszerek adaptációja

A Nemzeti Élelmiszerlánc-biztonsági Hivatal és a Shahid Beheshti Orvosi Egyetem (Teherán, Irán) között fennálló együttműködés keretében 2017 májusában öt iráni szakember érkezett a NÉBIH ÉTBI-be, hogy egy LC-MS/MS tréning keretében sajátítsák el a többkomponenses szűrőrendszert. Az egyhetes képzés során sikerült az eljárást laboratóriumunkban teljes mértékben bemutatni és az iráni kollégáknak kipróbálni/átvenni. A tréning második fele Teheránban lesz, amelynek célja a módszer teljes bevezetése az iráni NRL-ben. A képzés ezután a megerősítő mérések ismertetésével folytatódik, amelyek közül már két módszert (tetraciklinek és szulfonamidok) sikerült az első tréning alkalmával kipróbálni Budapesten.

A többkomponenses módszer adaptációját egyhetes tréning keretében a törökországi NRL-ben (National Reference Laboratory) is sikerrel próbáltuk ki. Twinning projekt keretén belül 2018 májusában egy újabb tréninget terveztünk, amelynek folytatásaként a török kollégák a módszer validálását tervezik a közel jövőben.

### 6. Következtetések

A közleményben bemutatott állatgyógyszer-maradék vizsgálati koncepció hozzávetőlegesen 1800 minta vizsgálata után már bizonyította hatékonyságát. Egy évvel a többkomponenses szűrőrendszer bevezetése óta lényegesen növekedett a monitoring vizsgálatok hatékonysága, az előző évekhez képest többféle szennyezést tudtunk kimutatni. A szűrőrendszerrel detektált célkomponensek megerősítése független konfirmációs eljárással történik. A szermaradékot tartalmazó minták megerősítő vizsgálata minden esetben igazolták a szűrőrendszer által kimutatott célvegyület jelenlétét a mintában.

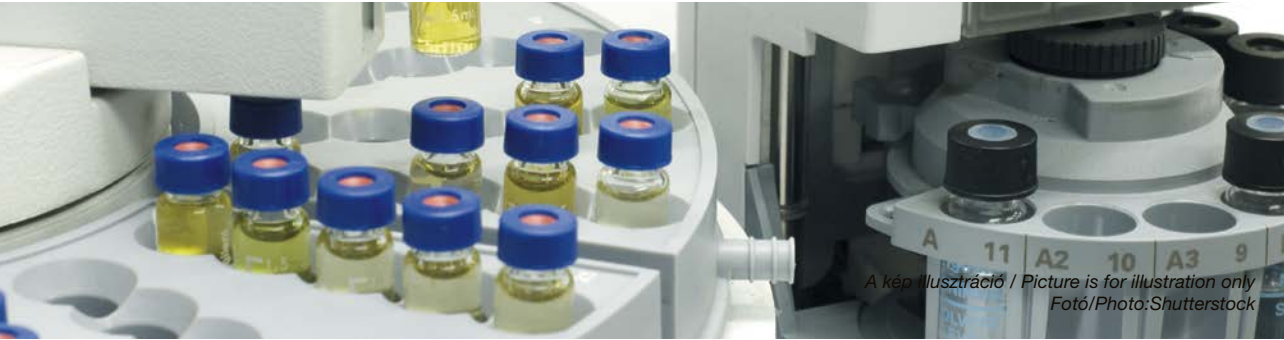
1. Táblázat: A vizsgált antibakteriális szerek és csoportosításuk. Az LC-MS/MS szűrőrendszer kimutatási képessége (CC $\beta$ ) komponensenként, a meghatározási határ (LOQ) és a megerősítő eljárások döntési határai (CC $\alpha$ ).  
Table 1: The antibacterial agents investigated and their grouping. The detection capability (CC $\beta$ ) of the LC-MS/MS screening method for each component, the limit of quantification (LOQ) and the decision limits of the confirmation procedures (CC $\alpha$ )

		Szűrőrendszer / Screening method					Megerősítő módszer Confirmation method
Antibiotikum csoport Antibiotic group	Komponens Component	CC $\beta$ ( $\mu$ g/kg) szövet CC $\beta$ ( $\mu$ g/kg) tissue	CC $\beta$ ( $\mu$ g/kg) tej CC $\beta$ ( $\mu$ g/kg) milk	CC $\beta$ ( $\mu$ g/kg) tojás CC $\beta$ ( $\mu$ g/kg) eggs	CC $\beta$ ( $\mu$ g/kg) méz CC $\beta$ ( $\mu$ g/kg) honey	LOQ ( $\mu$ g/kg) márixtól függően LOQ ( $\mu$ g/kg) depending on the matrix	CC $\alpha$ ( $\mu$ g/kg) márixtól függően CC $\alpha$ ( $\mu$ g/kg) depending on the matrix
Szulfonamid + trimetoprim Sulfonamide + trimethoprim	Szulfadimetoxin Sulfadimethoxine	50	50	50	10	1-10	1-101
	Szulfadoxin Sulfadoxine	50	50	50	10	1-10	1-102
	Szulfakvinoxalin Sulfaquinoxaline	50	50	50	10	1-10	1-101
	Szulfaklórpiridazin Sulfachloropyridazine	50	50	50	10	1-10	1-102
	Szulfametazin Sulfamethazine	50	50	50	10	1-10	1-101
	Szulfametoxazol Sulfamethoxazole	50	50	50	10	1-10	1-101
	Szulfadiazin Sulfadiazine	50	50	50	10	1-10	1-102
	Szulfatiazol Sulfathiazole	50	50	50	10	1-10	1-101
Makrolid Macrolide	Trimetoprim Trimethoprim	25	25	25	5	1-10	0.1-58.3
	Tilozin Tylosin	50	25	10	-	10	62-141
	Tilmikozin Tilmicosin	25	25	10	-	10	LOQ = 10
	Spiramicin Spiramycin	50	100	100	-	10	260-382
Aminoglikozid Amino-glycoside	Eritromicin Erythromycin	50	20	20	-	10-20	55-253
	Neomicin Neomycin	250	750	250	150	250	1875-7095
	Dihidrosztreptomycin Dihydrostreptomycin	250	100	100	20	100-250	260-1454
	Sztreptomycin Streptomycin	250	100	100	20	100-250	262-1405
	Apramicin Apramycin	250	100	100	20	100-500	172
	Kanamicin Kanamycin	50	75	75	15	50-75	218-3848
	Gentamicin Gentamicin	50	50	50	20	50	122-1002
	Spektinomycin Spectinomycin	150	100	100	20	100-150	268-7898



A kép illusztráció / Picture is for illustration only  
Fotó/Photo:Shutterstock

		Szűrő módszer / Screening method						Megerősítő módszer Confirmation method
Béta-laktám Beta-lactam	Amoxicillin <i>Amoxicillin</i>	25	2	2	-	2-10	4.8-66	
	Ampicillin <i>Ampicillin</i>	25	2	2	-	2-10	5.8-62	
	Penicillin G <i>Penicillin G</i>	25	2	2	-	2-10	5.4-64	
	Penicillin V <i>Penicillin V</i>	12.5	2	2	-	2-10	23-35	
	Oxacillin <i>Oxacillin</i>	75	15	15	-	10-15	41-404	
	Nafcillin <i>Nafcillin</i>	75	15	15	-	10-15	37-102	
	Kloxacillin <i>Cloxacillin</i>	75	15	15	-	10-15	38-140	
	Dikloxacillin <i>Dicloxacillin</i>	75	15	15	-	10-15	39-97	
	Cefkinom <i>Cefquinome</i>	75	10	10	-	10	LOQ = 10	
	Ceftiofur <i>Ceftiofur</i>	75	50	50	-	10-50	28-1252	
	Cefalónium <i>Cefalonium</i>	75	10	10	-	10	29-60	
	Cefazolin <i>Cefazolin</i>	75	25	25	-	10-25	25-82	
	Cefapirin <i>Cefapirin</i>	25	30	30	-	10-30	25-74	
	Cefalexin <i>Cefalexin</i>	75	50	50	-	10-50	25-66	
	Cefaperazon <i>Cefaperazone</i>	75	25	25	-	10-25	34-73	
Tetraciklin Tetracycline	Klórtetraciklin <i>Chlortetracycline</i>	50	50	50	10	1-10	0.5-610	
	4-epi-klórtetraciklin <i>4-epi-Chlortetracycline</i>	50	50	50	10	1-10	LOQ = 5	
	Oxitetraciklin <i>Oxytetracycline</i>	50	50	50	10	1-10	0.5-605	
	4-epi-oxitetraciklin <i>4-epi-Oxytetracycline</i>	50	50	50	10	1-10	LOQ = 5	
	Tetraciklin <i>Tetracycline</i>	50	50	50	10	1-10	0.5-628	
	4-epi-tetraciklin <i>4-epi-Tetracycline</i>	50	50	50	10	1-10	LOQ = 5	
	Doxiciklin <i>Doxycycline</i>	50	50	50	10	1-10	0.5-601	



		Szűrő módszer / Screening method						Megerősítő módszer Confirmation method
Kinolon Quinolone	Difloxacin <i>Difloxacin</i>	50	50	50	10	1-10	LOQ = 10	
	Orbifloxacin <i>Orbifloxacin</i>	50	50	50	10	1-10	LOQ = 10	
	Szarafloracin <i>Sarafloracin</i>	50	50	50	10	1-10	LOQ = 10	
	Ofloxacin <i>Ofloxacin</i>	50	50	50	10	1-10	LOQ = 10	
	Marbofloracin <i>Marbofloracin</i>	50	37.5	37.5	7.5	1-10	LOQ = 10	
	Enrofloracin <i>Enrofloracin</i>	50	50	50	10	1-10	1.1-217	
	Ciprofloracin <i>Ciprofloracin</i>	50	50	50	10	1-10	1-213	
	Danofloracin <i>Danofloracin</i>	50	15	15	3	1-10	LOQ = 10	
	Norfloracin <i>Norfloracin</i>	50	50	50	10	1-10	1.5-230	
	Oxolinsav <i>Oxolinic acid</i>	50	50	50	10	1-10	0.1-165	
	Nalidixsav <i>Nalidixic acid</i>	50	50	50	10	1-10	166-200	
	Flumekvin <i>Flumequine</i>	50	25	25	5	1-10	0.3-913	
	Linkó-zamid <i>Lincosamide</i>	50	75	25	15	1-10	0.05-161	
	Griseofulvin <i>Griseofulvin</i>	250	250	250	50	1-10	LOQ = 333	





2. Táblázat: A vizsgált antibakteriális szerek MRM beállításai és retenciójuk az LC-MS/MS szűrő módszerben.  
Table 2: MRM settings and retentions of the antibacterial agents investigated in the LC-MS/MS screening method.

Antibiotikum csoport Antibiotic group	Komponens Component	Célkomponens/ kísérő standard Target component/ surrogate standard	Retenció idő (perc) Retention time (min)	Anyai ion (m/z) Parent ion (m/z)	Leányionok (m/z) Daughter ions (m/z)	Fragmentor feszültség (V) Fragmentor voltage (V)	Ütközési energia (V) Collision energy (V)
Szulfonamid + trimetoprim Sulfonamide + trimethoprim	Szulfadiazin Sulfadiazine	Célkomponens Target component	5.0	251.1	156.1 92.1	100	15 30
	Szulfatiazol Sulfathiazole	Célkomponens Target component	7.7	256.1	156.1 92.1	100	10 30
	Szulfapiridin Sulfapyridine	Kísérő standard Surrogate standard	8.0	250.1	156.1	100	15
	Szulfametazin Sulfamethazine	Célkomponens Target component	9.9	279.2	156.1 124.2	100	15 30
	Szulfaklórpíridazin Sulfachloro-pyridazine	Célkomponens Target component	11.1	285.2	156.1 92.1	100	10 30
	Szulfadoxin Sulfadoxine	Célkomponens Target component	12.2	311.1	156.1 92.1	100	15 30
	Szulfametoxazol Sulfamethoxazole	Célkomponens Target component	12.4	254.1	156.1 92.1	100	15 30
	Szulfadimetoxin Sulfadimethoxine	Célkomponens Target component	14.2	311.1	156.1 92.1	100	20 30
	Szulfakvinoxalin Sulfaquinoxaline	Célkomponens Target component	14.4	301.1	156.1 108.0	100	15 25
	Trimetoprim Trimethoprim	Célkomponens Target component	12.6	291.2	230.4 123.0	100	25 25
	Trimetoprim-d9 Trimethoprim-d9	Kísérő standard Surrogate standard	12.6	300.3	234.2	100	25
Makrolid Macrolide	Spiramicin Spiramycin	Célkomponens Target component	15.1	843.7	174.2 142.4	90	40 30
	Tilmikozin Tilmicosin	Célkomponens Target component	16.3	869.8	696.4 174.2	140	45 50
	Eritromicin Erythromycin	Célkomponens Target component	16.3	734.7	576.4 158.3	150	25 25
	Tilozin Tylosin	Célkomponens Target component	16.6	916.6	174.2 145.4	90	35 35
	Roxitromicin Roxithromicine	Kísérő standard Surrogate standard	18.1	837.7	679.7	120	20
Aminoglükozid Amino-glycoside	Spektinomycin Spectinomycin	Célkomponens Target component	10.3	351.2	333.2 207.3	150	25 20
	Sztreptomycin Streptomycin	Célkomponens Target component	11.7	582.4	263.4 246.2	150	35 35
	Dihidro-sztreptomycin Dihydro-streptomycin	Célkomponens Target component	11.7	584.4	263.4 246.2	150	35 35
	Kanamycin Kanamycin	Célkomponens Target component	12.7	485.3	324.5 163.0	150	15 25
	Apramicin Apramycin	Célkomponens Target component	13.6	540.3	378.1 217.1	150	12 25
	Gentamicin Gentamicin	Célkomponens Target component	14.1	478.4	160.2 157.3	150	20 20
	Neomicin Neomycin	Célkomponens Target component	14.2	615.6	293.0 160.7	150	35 35

Antibiotikum csoport Antibiotic group	Komponens Component	Célkomponens/ kísérő standard Target component/ surrogate standard	Retenció idő (perc) Retention time (min)	Anyai ion (m/z) Parent ion (m/z)	Leányionok (m/z) Daughter ions (m/z)	Fragmentor feszültség (V) Fragmentor voltage (V)	Ütközési energia (V) Collision energy (V)
Béta-laktám Beta-lactam	Amoxicillin Amoxicillin	Célkomponens Target component	10.3	366.2	349.1 208.1	100	5 10
	Ampicillin Ampicillin	Célkomponens Target component	12.5	348.2	304.2 207.2	90	0 0
	Penicillin G Penicillin G	Célkomponens Target component	15.9	335.1	176.1 160.1	100	10 10
	Penicillin G-d7 Penicillin G-d7	Kísérő standard Surrogate standard	15.9	342.2	183.3	100	10
	Penicillin V Penicillin V	Célkomponens Target component	17.0	351.1	160.1 114.1	100	10 10
	Oxacillin Oxacillin	Célkomponens Target component	17.7	402.2	243.1 160.1	100	10 10
	Kloxacillin Cloxacillin	Célkomponens Target component	18.6	436.1	277.1 160.1	100	10 10
	Nafcillin Nafcillin	Célkomponens Target component	19.0	415.2	199.2 171.1	100	10 45
	Dikloxacillin Dicloxacillin	Célkomponens Target component	19.5	470.1	311.1 160.1	100	10 10
	Cefazolin Cefazolin	Célkomponens Target component	11.1	454.8	322.9 155.9	100	10 10
	Cefapirin Cefapirin	Célkomponens Target component	11.1	424.1	292.1 152.0	100	15 25
	Cefalónium Cefalonium	Célkomponens Target component	11.2	459.1	337.0 152.0	100	5 15
	Cefalexin Cefalexin	Célkomponens Target component	12.5	348.1	173.9 158.0	100	10 0
	Cefkvinom Cefquinome	Célkomponens Target component	12.1	529.3	396.0 134.2	100	10 15
	Cefaperazon Cefoperazone	Célkomponens Target component	12.8	668.2	526.1 164.9	100	15 25
	Ceftiofur Ceftiofur	Célkomponens Target component	15.1	524.1	240.9 126.0	100	15 25
Tetraciklin Tetracycline	Oxitetraciklin Oxytetracycline	Célkomponens Target component	12.2	461.3	443.2 426.2	100	10 20
	4-epi-oxitetraciklin 4-epi-Oxytetracycline	Célkomponens Target component	12.2	461.3	443.2 426.2	100	10 20
	4-epi-tetraciklin 4-epi-Tetracycline	Célkomponens Target component	12.4	445.2	409.8 154.1	100	20 30
	Metaciklin Metacycline	Kísérő standard Surrogate standard	12.6	443.1	426.0	120	20
	Tetraciklin Tetracycline	Célkomponens Target component	12.7	445.2	409.8 154.1	100	20 30
	4-epi-klórtetraciklin 4-epi-Chlortetracycline	Célkomponens Target component	14.2	479.2	444.1 154.1	100	20 30
	Klórtetraciklin Chlortetracycline	Célkomponens Target component	14.7	479.2	444.1 154.1	100	20 30
	Doxiciklin Doxycycline	Célkomponens Target component	15.6	445.2	428.1 154.1	100	15 30

Antibiotikum csoport Antibiotic group	Komponens Component	Célkomponens/ kísérő standard Target component/ surrogate standard	Retenciósi idő (perc) Retention time (min)	Anyaiion (m/z) Parent ion (m/z)	Leányionok (m/z) Daughter ions (m/z)	Fragmentor feszültség (V) Fragmentor voltage (V)	Ütközési energia (V) Collision energy (V)
Kinolon Quinolone	Norfloxacin Norfloxacin	Célkomponens Target component	12.5	320.2	302.1 231.1	100	20 45
	Marbofloxacin Marbofloxacin	Célkomponens Target component	12.5	363.2	345.1 320.1	100	20 15
	Ofloxacin Ofloxacin	Célkomponens Target component	12.6	362.2	344.2 318.2	100	20 20
	Ciprofloxacin Ciprofloxacin	Célkomponens Target component	12.7	332.2	314.1 231.1	100	20 45
	Danofloxacin Danofloxacin	Célkomponens Target component	13.4	358.2	340.1 255.2	100	25 40
	Enrofloxacin Enrofloxacin	Célkomponens Target component	13.6	360.2	342.2 286.1	100	25 40
	Oxolinsav Oxolinic acid	Célkomponens Target component	13.6	262.2	244.1 216.1	100	20 40
	Orbifloxacin Orbifloxacin	Célkomponens Target component	13.6	396.2	352.3 295.2	100	20 25
	Szarafloxacin Sarafloxacin	Célkomponens Target component	13.8	386.2	348.0 368.1	100	35 20
	Difloxacin Difloxacin	Célkomponens Target component	14.2	400.2	382.1 306.1	100	25 45
	Nalidixsav Nalidixic acid	Célkomponens Target component	15.6	233.1	187.1 215.1	100	25 15
	Flumekvin Flumequine	Célkomponens Target component	16.1	262.1	202.1 244.1	100	35 20
Linkóزامид Lincosamide	Lincomicin Lincomycin	Célkomponens Target component	10.8	407.2	359.3 126.2	70	20 30
	Griseofulvin Griseofulvin	Célkomponens Target component	17.2	353.1	165.2 215.1	100	20 20

3. Táblázat: A szűrő- és megerősítő módszerekkel valódi mintákban (körvizsgálati, monitoring, kontroll minták) detektált szermaradékok.  
Table 3: Antibiotic residues detected in real samples (proficiency testing, monitoring, control samples) by the screening and confirmation methods.

Minta Sample	Azonosított komponens Identified component	Antibiotikum csoport Antibiotic group	LC-MS/MS szűrőmódszer LC-MS/MS screening method	Megerősítő módszer Confirmation method	Megjegyzés Comment
Csirke izom Chicken muscle	Enrofloxacin és ciprofloxacin Enrofloxacin és ciprofloxacin	Kinolon Quinolone	> CCβ	Σ862 µg/kg (HPLC-FLD)	MRL = Σ100 µg/kg
Csirke izom Chicken muscle	Enrofloxacin Enrofloxacin	Kinolon Quinolone	> CCβ	128 µg/kg (HPLC-FLD)	MRL = Σ100 µg/kg
Csirke izom Chicken muscle	Doxiciklin Doxycycline	Tetraciklin Tetracycline	> CCβ	254 µg/kg (HPLC-DAD)	MRL = 100 µg/kg
Hal Fish	Oxitetraciklin és 4-epi-oxitetraciklin Oxytetracycline and 4-epi-Oxytetracycline	Tetraciklin Tetracycline	> CCβ	Σ115 µg/kg (HPLC-DAD)	Körvizsgálati EU-RL minta, Z-score = -1,3 Proficiency testing EU-RL sample, Z-score = -1.3

Minta Sample	Azonosított komponens Identified component	Antibiotikum csoport Antibiotic group	LC-MS/MS szűrőmódszer LC-MS/MS screening method	Megerősítő módszer Confirmation method	Megjegyzés Comment
Hal Fish	Szulfadiazin és trimetoprim Sulfadiazine and trimethoprim	Szulfonamid és diaminopirimidin Sulfonamide and diamino-pyrimidine	> CCβ	31.7 µg/kg és/and 23.9 µg/kg (LC-MS/MS)	Körvizsgálati EU-RL minta, Z-score = -1,1 és -0,3 Proficiency testing EU-RL sample, Z-score = -1.1 and -0.3
Hal Fish	Oxolinsav Oxolinic acid	Kinolon Quinolone	> CCβ	105 µg/kg (HPLC-FLD)	Körvizsgálati EU-RL minta, Z-score = -0,9 Proficiency testing EU-RL sample, Z-score = -0.9
Hal Fish	-	-	< CCβ	Negatív Negative (LC-MS/MS)	Körvizsgálati EU-RL minta, Z-score = értékelés alatt Proficiency testing EU-RL sample, Z-score = under evaluation
Liba izom Goose muscle	Doxiciklin Doxycycline	Tetraciklin Tetracycline	> CCβ	333 µg/kg (HPLC-DAD)	MRL = 100 µg/kg
Méz Honey	Szulfadimetoxin és trimetoprim Sulfadimethoxine and trimethoprim	Szulfonamid és diaminopirimidin Sulfonamide and diamino-pyrimidine	> CCβ	15.4 µg/kg és/and 2.71 µg/kg (LC-MS/MS)	MRL nincs meghatározva MRL not determined
Méz Honey	Szulfatiazol Sulfathiazole	Szulfonamid Sulfonamide	> CCβ	4.76 µg/kg (LC-MS/MS)	Körvizsgálati EU-RL minta, Z-score = -2,4 Proficiency testing EU-RL sample, Z-score = -2.4
Méz Honey	Tetraciklin és 4-epi-tetraciklin Tetracycline and 4-epi-Tetracycline	Tetraciklin Tetracycline	> CCβ	Σ12.6 µg/kg (LC-MS/MS)	Körvizsgálati EU-RL minta, Z-score = -0,7 Proficiency testing EU-RL sample, Z-score = -0.7
Méz Honey	Sztreptomycin Streptomycin	Aminoglükozid Aminoglycoside	> CCβ	43.3 µg/kg (LC-MS/MS)	Körvizsgálati EU-RL minta, Z-score = 0,3 Proficiency testing EU-RL sample, Z-score = 0.3
Méz Honey	-	-	< CCβ	Negatív Negative (LC-MS/MS)	Körvizsgálati EU-RL minta Proficiency testing EU-RL sample
Méz Honey	Szulfakvinoxalin és szulfatiazol Sulfaquinoxaline and sulfathiazole	Szulfonamid Sulfonamide	> CCβ	123 µg/kg és/and 107 µg/kg (HPLC-FLD)	Kontroll minta Control sample
Sertés vese Pig kidney	Doxiciklin Doxycycline	Tetraciklin Tetracycline	> CCβ	63.3 µg/kg (HPLC-DAD)	MRL = 600 µg/kg
Sertés vese Pig kidney	Doxiciklin Doxycycline	Tetraciklin Tetracycline	> CCβ	81.8 µg/kg (HPLC-DAD)	MRL = 600 µg/kg
Sertés vese Pig kidney	Doxiciklin Doxycycline	Tetraciklin Tetracycline	> CCβ	32.1 µg/kg (HPLC-DAD)	MRL = 600 µg/kg
Sertés vese Pig kidney	Doxiciklin és oxitet-raciklin Doxycycline and Oxytetracycline	Tetraciklin Tetracycline	> CCβ	105 µg/kg és/and 54.2 µg/kg (HPLC-DAD)	MRL = 600 µg/kg
Sertés vese Pig kidney	Doxiciklin és oxitet-raciklin Doxycycline and Oxytetracycline	Tetraciklin Tetracycline	> CCβ	5375 µg/kg és/and 308 µg/kg (HPLC-DAD)	MRL = 600 µg/kg
Sertés vese Pig kidney	Doxiciklin Doxycycline	Tetraciklin Tetracycline	> CCβ	54.8 µg/kg (LC-MS/MS)	MRL = 600 µg/kg
Sertés vese Pig kidney	Doxiciklin Doxycycline	Tetraciklin Tetracycline	> CCβ	34.7 µg/kg (LC-MS/MS)	MRL = 600 µg/kg



Minta Sample	Azonosított komponens Identified component	Antibiotikum csoport Antibiotic group	LC-MS/MS szűrő módszer LC-MS/MS screening method	Megerősítő módszer Confirmation method	Megjegyzés Comment
Sertés vese Pig kidney	Klórtetraciklin Chlortetracycline	Tetraciklin Tetracycline	> CCβ	270 µg/kg (LC-MS/MS)	MRL = 600 µg/kg
Szarvasmarha izom Bovine muscle	Oxitetraciklin Oxytetracycline	Tetraciklin Tetracycline	> CCβ	1444 µg/kg (HPLC-DAD)	MRL = 100 µg/kg
Szarvasmarha izom Bovine muscle	Tetraciklin Tetracycline	Tetraciklin Tetracycline	> CCβ	126 µg/kg (HPLC-DAD)	MRL = 100 µg/kg A vizelet 12,6 µg/kg dexameta- zont tartalmazott. MRL = 100 µg/kg The urine contained 12.6 µg/kg dexamethasone.
Szarvasmarha máj Bovine liver	Tetraciklin Tetracycline	Tetraciklin Tetracycline	> CCβ	239 µg/kg (HPLC-DAD)	MRL = 300 µg/kg A vizelet 12,6 µg/kg dexameta- zont tartalmazott. MRL = 300 µg/kg The urine contained 12.6 µg/kg dexamethasone.
Szarvasmarha vese Bovine kidney	Tetraciklin Tetracycline	Tetraciklin Tetracycline	> CCβ	1506 µg/kg (HPLC-DAD)	MRL = 600 µg/kg A vizelet 12,6 µg/kg dexameta- zont tartalmazott. MRL = 600 µg/kg The urine contained 12.6 µg/kg dexamethasone.
Szarvasmarha vese Bovine kidney	Oxitetraciklin Oxytetracycline	Tetraciklin Tetracycline	> CCβ	677 µg/kg (HPLC-DAD)	MRL = 600 µg/kg
Szarvasmarha vese Bovine kidney	Penicillin G Penicillin G	Béta-laktám Beta-lactam	> CCβ	158 µg/kg (LC-MS/MS)	MRL = 50 µg/kg
Szarvasmarha vese Bovine kidney	Szulfadiazin és trimetoprim Sulfadiazine and trimethoprim	Szulfonamid és diaminopirimidin Sulfonamide and diamino- pyrimidine	> CCβ	247 µg/kg és/ and 198 µg/kg (HPLC-FLD és/ and LC-MS/MS)	MRL = 100 µg/kg és 50 µg/kg MRL = 100 µg/kg and 50 µg/kg
Szarvasmarha tej Cow's milk	Ampicillin Ampicillin	Béta-laktám Beta-lactam	> CCβ	1.12 µg/kg (LC-MS/MS)	MRL = 4 µg/kg
Szarvasmarha tej Cow's milk	Cafalónium Cefalonium	Béta-laktám Beta-lactam	> CCβ	3.07 µg/kg (LC-MS/MS)	MRL = 20 µg/kg
Szarvasmarha tej Cow's milk	Cafalónium Cefalonium	Béta-laktám Beta-lactam	> CCβ	2.85 µg/kg (LC-MS/MS)	MRL = 20 µg/kg
Szarvasmarha tej Cow's milk	Cafalónium Cefalonium	Béta-laktám Beta-lactam	> CCβ	129 µg/kg (LC-MS/MS)	MRL = 20 µg/kg
Szarvasmarha tej Cow's milk	Tetraciklin Tetracycline	Tetraciklin Tetracycline	> CCβ	38.1 µg/kg (HPLC-DAD)	MRL = 100 µg/kg

## 7. Irodalom

- [1] Fekete, J., Kormány, R., Fekete, Sz. (2017): Modern folyadékkromatográfia, KromKorm Kft., Budapest, Magyarország
- [2] Tölgyesi, Á., Fekete, J. (2017): Folyadékkromatográfiás hármas kvadrupól rendszerű tandem tömegspektrometriai módszerek a gyakorlatban: példák élelmiszer- és bioana-

litikai alkalmazásokra, Kromatográfus különszám, Gen-lab Kft., Budapest, Magyarország

- [3] Commission Regulation (EU) 37/2010 (2010): Commission Regulation (EU) No 37/2010 of 22 December 2009 on pharmacologically active substances and their classification regarding maximum residue limits in foodstuffs of animal origin, Off. J. EU. Legis L 15/1.

- [4] Vidékfejlesztési Minisztérium- 10/2002. (I.23.) FVM rendelete. [https://net.jogtar.hu/jr/gen/hjegy\\_doc.cgi?docid=a0200010.fvm](https://net.jogtar.hu/jr/gen/hjegy_doc.cgi?docid=a0200010.fvm) (Hozzáférés: 2017.09.21.)
- [5] Malachova, A., Sulyok, M., Beltran, E., Berthiller, F., Krska, R. (2015): Multi-Toxin Determination in Food – The Power of “Dilute and Shoot” Approaches in LC–MS–MS, LCGC Europe 28 p. 542-555
- [6] Breidbach, A., Ulberth, F. (2015): Two-dimensional heart-cut LC-LC improves accuracy of exact-matching double isotope dilution mass spectrometry measurements of aflatoxin B1 in cereal-based baby food, maize, and maize-based feed, Anal. Bioanal. Chem. 407 p. 3159-3167
- [7] Commission Decision 2002/657/EC (2002): Commission Decision of 12 August 2002 implementing Council Directive 96/23/EC concerning the performance of analytical methods and the interpretation of results, Off. J. Eur. Commun. L221/8.
- [8] Tölgyesi, Á., Tölgyesi, L., Békési, K., Sharma, V.K., Fekete, J. (2014): Determination of tetracyclines in pig and othermeat samples using liquid chromatography coupled with diode array and tandem mass spectrometric detectors. Meat Sci. 96. p. 1332– 1339
- [9] Tölgyesi, Á., Berky, R., Békési, K., Fekete, Sz., Fekete, J., Sharma, V.K. (2012): Quantitative analysis of sulfonamide residues in real honey using high performance liquid chromatography with fluorescence and tandem mass spectrometric detection, J. Liq. Chromatogr. Rel. Tech. 36 p. 1-21
- [10] Dubois, M., Fluchard, D., Sior, E., Delahaut, P. (2001): Identification of quantification of five macrolide antibiotic in several tissues, eggs and milk by liquid chromatography-electrospray tandem mass spectrometry, J. Chromatogr. B 753 p. 189-202
- [11] Zhu, W.X., Yang, J.Z., Wei, W., Liu, Y.F., Zhang, S.S. (2008): Simultaneous determination of 13 aminoglycoside residues in foods of animal origin by liquid chromatography-electrospray ionization tandem mass spectrometry with two consecutive solid-phase extraction steps, J. Chromatogr. A 1207 p. 29-37
- [12] Di Rocco, M., Moloney, M., O’Beirne, T., Earley, S., Berendsen, B., Furey, A., Danaher, M. (2017): Development and validation of a quantitative confirmatory method for 30 β-lactam antibiotics in bovine muscle using liquid chromatography coupled to tandem mass spectrometry, J. Chromatogr. A 1500 p. 121–135
- [13] Rose, M.D., Bygrave, J., Stubbings, G.W.F. (1998): Extension of multi-residue methodology to include the determination of quinolones in food, Analyst 123 p. 2789-2796

- [14] Tölgyesi, Á., Fekete, Sz., Békési, K., Tóth, E., Sharma, V.K., Fekete, J. (2012): Fast analysis of lincomycin in honey, muscle, milk, and egg using liquid chromatography-tandem mass spectrometry, J. Chromatogr. Sci. 50 p. 190-198
- [15] CRLs (2010): Guidelines for the validation of screening methods for residues of veterinary medicines (Initial validation and transfer). Community Reference Laboratories 20/1/2010. [http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/residues/Guideline\\_Validation\\_Screening\\_en.pdf](http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/residues/Guideline_Validation_Screening_en.pdf) (Hozzáférés: 2017.09.21.)
- [16] CRL Guidance Paper (2007): CRLs view on State of the art analytical methods for national residue control plans, RIVM-NL [http://www.bvl.bund.de/SharedDocs/Downloads/09\\_Untersuchungen/EURL\\_Empfehlungen\\_Konzentrationsauswahl\\_Methodenvalidierungen.pdf?\\_\\_blob=publicationFile](http://www.bvl.bund.de/SharedDocs/Downloads/09_Untersuchungen/EURL_Empfehlungen_Konzentrationsauswahl_Methodenvalidierungen.pdf?__blob=publicationFile) (Hozzáférés: 2017.09.21.)
- [17] Hawari, K.E., Mokh, S., Doumyati, S., Iskandarani, M.A., Verdon, E. (2017): Development and validation of a multiclass method for the determination of antibiotic residues in honey using liquid chromatography-tandem mass spectrometry, Food Addit. Contam. Part A 34 p. 582-597
- [18] JECFA (2013): Joint FAO/WHO Expert Committee On Food Additives. Seventy-eighth meeting (Residues of veterinary drugs); 2013 Nov 5–14; Geneva. Available from: [http://www.fao.org/fileadmin/templates/agns/pdf/jecfa/JECFA\\_78\\_Summary\\_report\\_Version\\_final.pdf](http://www.fao.org/fileadmin/templates/agns/pdf/jecfa/JECFA_78_Summary_report_Version_final.pdf) (Hozzáférés: 2017.09.21.)
- [19] Forsgren, E. (2010): European foulbrood in honey bees, J. Invertebr. Pathol. 103 p. S5–S9
- [20] Genersch, E. (2010): American Foulbrood in honeybees and its causative agent, Paenibacillus larvae, J. Invertebr. Pathol. 103 p. S10–S19
- [21] Tölgyesi, Á., Sharma, V.K. (2017): Szteroi származékok LC-MS/MS módszerű analízise: szelektív minta-előkészítési eljárások kevert módú szilárd fázisú extrakció és pH-kontroll alkalmazásával, Élelmiszervizsgálati Közlemények 63 p. 1377-1389
- [22] Berendsen, B.J.A., Elbers, I.J.W., Stolker, A.A.M. (2011): Determination of the stability of antibiotics in matrix and reference solutions using a straightforward procedure applying mass spectrometric detection, Food Addit. Contam. 28 p. 1657–1666

Ádám Tölgyesi<sup>1</sup>, Éva Pálffi<sup>1</sup>, Tímea Horváth<sup>1</sup>, Viktória Lipcsei<sup>1</sup>

Received: November 2017 – Accepted: March 2018

# High performance residue analysis: determination of antibacterial agents in foods using liquid chromatography screening and confirmation methods

**Keywords:** determination of veterinary drug residues, screening method, confirmation method, liquid chromatography, sulfonamides, detection capability (CC $\beta$ ), decision limit (CC $\alpha$ ), trimethoprim (diaminopyrimidine), beta-lactams, macrolides, tetracyclines, quinolones, lincomycin (lincosamide) griseofulvin, sulfadimethoxine, sulfadoxine, sulfaquinoxaline, sulfachloropyridazine, sulfamethazine, sulfamethoxazole, sulfadiazine, sulfathiazole and trimethoprim, tylosin, tilmicosin, spiramycin, erythromycin, neomycin, dihydrostreptomycin, streptomycin, apramycin, kanamycin, gentamicin and spectinomycin amoxicillin, ampicillin, penicillin G, penicillin V, oxacillin, nafcillin, cloxacillin, dicloxacillin, new generation cephalosporins (cefquinome, ceftiofur, cefalonium, cefazolin, cefapirin, cefalexin, cefoperazone, chlortetracycline, 4-epi-chlortetracycline, oxytetracycline, 4-epi-oxytetracycline, tetracycline, 4-epi-tetracycline, doxycycline, difloxacin, orbifloxacin, sarafloxacin, ofloxacin, marbofloxacin, enrofloxacin, ciprofloxacin, danofloxacin, norfloxacin, oxolinic acid, nalidixic acid, flumequine, lincomycin.

## 1. Summary

In Hungary, food toxicology monitoring and control analyses, their course and the process of preparation of the monitoring plan for the given year are prescribed and determined by FVM decree 10/2002. (I. 23.). The efficiency of monitoring analyses is increased if the focus is placed primarily on screening methods, and independent confirmation methods are used to test objectionable samples. This allows for the distinguishing between negative samples and those containing drug residues using a simpler, faster and cheaper screening type method, and also for higher certainty in the qualitative and quantitative evaluation of positive samples.

The objective of this paper is to present an analytical concept developed for antibacterial agents, including a multicomponent screening method and independent confirmation measurements for type B1 authorized agents. The screening method allows for the simultaneous identification and semiquantitative evaluation of 54 components with drug residue limit values and griseofulvin in animal tissues (muscle, liver and kidney), milk, eggs and honey, using a liquid chromatography triple quadrupole tandem mass spectrometry method.

Target components detected by the screening method are identified using liquid chromatography confirmation tests and evaluated by optical or tandem mass spectrometric detection. Up until the submission date of this paper, nearly 1,800 samples had been analyzed by the screening method. Some type of drug residue was detected in 24 monitoring samples. The contaminations could also be detected during the confirmation tests. The analytical strategy thus developed has been proven to be effective in multiple international proficiency testing programs.

## Foreword

Gábor Domány was the head of laboratory of the NÉBIH ÉTbI Food Toxicology NRL. The analytical concept presented in this article was developed also with his professional support over the last few years. With this paper, we would like to commemorate Gábor.

## 2. Introduction

Over the past decades, developments in analytical chemistry have shifted in the direction to allow for the determination of as many components as possible in the shortest possible time. In the case of liquid chromatography (LC) measurements, these requirements were achieved by ultra high performance liquid chromatography (UHPLC) methods that are able to determine the active ingredients and contaminants of pharmaceutical products in minutes [1]. In the case of more complex samples, a large number of target components can be determined simultaneously in a relatively short time using mass spectrometric detectors coupled with the LC, such as a liquid chromatography – tandem mass spectrometry (LC-MS/MS) system [2].

In 2007, within the framework of the European Union (EU) Transition Facility project, using the LC-MS/MS instrument obtained by the Food Toxicology National Reference Laboratory of the National Food Chain Safety Office, Directorate of Food and Feed Safety (NÉBIH ÉTbI), extension of the monitoring analyses of veterinary drugs to previously not investigated target components could begin. Supplementing LC-MS/MS measurements with optical detection methods such as HPLC-DAD (diode array detection) and HPLC-FLD (fluorescent detection), confirmation procedures were developed for seven main groups of authorized drugs and griseofulvin (grisin). The main analytical pathways include the determination of sulfonamides, trimethoprim (diaminopyrimidine), beta-lactams, macrolides, tetracyclines, quinolones, lincomycin (lincosamide) and griseofulvin (Table 1). Within the EU, there are group „A” and group „B” components. Group „A” compounds are prohibited substances that do not have maximum residue limit (MRL) values. Group „B” contains authorized components with MRL values, and within this family, there are group „B1” antibacterial agents that are classified into further antibiotics groups [3]. The decree on monitoring analyses allows the determination of all components of group B1 from the same sample [4].

By 2016, in addition to confirmation measurements, a multicomponent LC-MS/MS screening method was also developed, allowing the simultaneous determination of the components listed above in foods. The essence of the screening method is the identification of the target components in the samples and their semiquantitative evaluation.

In the case of samples in which the presence of a target component can be detected, the confirmation analysis is carried out using a method different from the screening method. Previously, confirmation methods were used in monitoring measurements, however, these procedures had been developed for a group of antibiotics, and so they are not as efficient as a screening method as a multicomponent procedure which ensures the simultaneous analysis of several groups, thus increasing efficiency. Compared to other screening analyses, such as immunoanalytical procedures, the advantage of the multicomponent LC-MS/MS screening method is that the number of components to be measured can be extended, selectivity and identification is ensured by MS/MS detection, and sample preparation is much simpler. At the same time, because of the simultaneous analysis of a large number of molecules with different structures in the LC-MS/MS screening, it is not possible to develop a method which is optimal for each component (which is not necessarily a goal). Thus, neither the efficiency of the extraction, nor the chromatographic resolution will be satisfactory for all components. Sample clean-up (e.g., liquid-liquid extraction or solid phase extraction) is complicated by the different physico-chemical properties of the target components, therefore, often no clean-up is performed during LC-MS/MS screening, but a so-called „dilute-and-shoot” procedure is followed, the sample is only extracted and the extract is injected into the LC-MS/MS after dilution and syringe filtration [5]. However, by omitting sample clean-up, the number and concentration of background matrix compounds cannot be reduced prior to the instrumental analysis, which increases the matrix effect (ion suppression/amplification) in the ion source of the MS/MS instrument, thus influencing significantly the quantitative evaluation. This is also the reason why „dilute-and-shoot” procedures can only be used in screening analyses, unless isotope dilution can be used to compensate for the matrix effect [6].

The purpose of our paper is to present the analytical practice for antibacterial agent residues, recently introduced at the NÉBIH ÉTbI Food Toxicology National Reference Laboratory, following the analysis a representative number of samples. Since the beginning of the application of the multicomponent LC-MS/MS screening analysis in monitoring measurements (April 2017), nearly 1,800 samples have been analyzed up until the submission date of this paper. In our manuscript, measurement procedures are only outlined, full descriptions of the methods can be found in the references, our objective was mainly the description of the analytical concept and publication of the results achieved.

## 3. Analytical methods

When developing the multicomponent antibiotics method, the greatest difficulty lies in the different

<sup>1</sup> National Food Chain Safety Office, Directorate of Food and Feed Safety, Food Toxicology National Reference Laboratory, 1095 Budapest, Mester utca 81.



polarities (hydrophobicity) of the target compounds. While, for example, aminoglycoside type molecules are hydrophilic, water-soluble components, certain antibiotics are hydrophobic, apolar compounds and/or unstable in aqueous media (e.g., macrolides, beta-lactams). Another complication is the sensitivity to the pH of the medium, also because of the different nature of the aminoglycoside and macrolide/beta-lactam groups. The former group can be extracted at strongly acidic pH values (<1), while the latter two are sensitive to low pH media. The composition of the extraction medium therefore has to be developed with a compromise that allows, despite the losses, the reproducible detection of drug residues at half MRL values or below. Additionally, during the liquid chromatography separation that follows sample preparation, a modifier (ion pair reagent) has to be added to the mobile phase which permits the retention of hydrophilic components during reverse phase separation and so the multicomponent screening procedure can be carried out by a single injection [2].

Confirmation methods are already group-specific, and so the extraction of the target components and sample clean-up are „fit for purpose”, instrumental analysis can be optimized for the compound group, therefore, analyses will be selective, accurate and reproducible, and will satisfy the requirements of confirmation measurements [7]. In the case of confirmation methods, it is worth mentioning that optical detectors (either an UV-VIS spectrophotometric detector or a fluorescence detector (FLD)) may be used in the analysis of authorized drugs [7]. More than once, the use of optical detectors proved to be better than mass spectrometric detection, because no isotopically labelled internal standards (ISTD) are required for quantitative evaluation by optical detectors [8]. Although isotope dilution mass spectrometry (IDMS) is one of the best ways of quantitative evaluation, stable isotopically labelled analogs that can compensate for the matrix effects on the target component during MS detection are only available in the case of a small number of compounds, thereby improving quantitative determination [2]. A specific example is the determination of tetracyclines in foods at the 100 µg/kg (muscle, milk) and 600 µg/kg (kidney) levels as prescribed by the EU. Using a UV detector, tetracyclines can be measured at a higher, more selective wavelength (365 nm), but can also be analyzed by an MS/MS instrument. In the latter case, no isotopically labelled ISTD is commercially available for all components, but their use would be unwarranted from a cost effectiveness point of view. Therefore, when using LC-MS/MS, a matrix-matched calibration is required for quantitative evaluation, in order to compensate for the change in the response signal of the ion source. However, it is not always possible to completely compensate for the matrix effect in the sample with matrix-matched calibration, especially in the case of more complex samples, such as liver, and so optical detection, during which

calibration is recorded in a matrix-free solvent, is more appropriate [8].

### 3.1 Multicomponent LC-MS/MS screening method

To check sample preparation and the analysis, the sample is spiked with a five-component surrogate standard mixtures (sulfapyridine, trimethoprim-d9, roxithromycin, penicillin-G-d7 and metacycline) prior to the extraction. The goodness of the measurement is verified by the recovery of the surrogate standards. Tissue and egg samples (2.0 g) were extracted with a mixture of acetonitrile and water containing 0.01 M oxalic acid (25/75, v/v, 10 ml), and the clear supernatant was filtered into an HPLC vial using a syringe filter. Milk samples (5.0 g) were diluted with McIlwain buffer (5.0 mL) and, after centrifugation, were purified and enriched by solid phase extraction (SPE). Honey samples (5.0 g) were dissolved in 10 ml of water containing 0.1% (v/v) heptafluorobutyric acid (HFBA) and hydrolyzed, then cleaned and enriched by SPE. During the SPE, large particle size reverse phase copolymer cartridges (e.g., Strata-XL, 100 µm) were used and 0.1% (v/v) HFBA solution as ion pair reagent. The ion pair reagent is necessary for the retention of polar aminoglycosides.

Target components of the samples thus prepared were separated on a core-shell C18 HPLC column using ion pair chromatography (**Figure 1**). The mobile phase was a mixture of water containing 0.1% (v/v) HFBA and acetonitrile (90/10 v/v) with linear gradient elution. Target compounds were detected using an MS/MS instrument following electrospray ionization (ESI) (**Table 2**) in positive ion mode (ESI+) and MRM (Multiple Reaction Monitoring) scan mode. The ion transitions of **Table 2** were also used in the group-specific confirmation methods.

### 3.2 Confirmation measurements

#### 3.2.1 Determination of sulfonamides and trimethoprim

Components analyzed: sulfadimethoxine, sulfadoxine, sulfaquinoxaline, sulfachloropyridazine, sulfamethazine, sulfamethoxazole, sulfadiazine, sulfathiazole and trimethoprim. Since sulfapyridine is not used in veterinary medicine, it can be used as a surrogate standard, because this component is unlikely to contaminate foods of animal origin. With the exception of honey, samples (5.0 g) were extracted with dichloromethane and purified using normal phase, silica gel SPE. The aqueous eluate was extracted by ethyl acetate in a liquid-liquid extraction step, and the organic phase was collected. Following solvent exchange, sulfonamides were determined by HPLC-DAD ( $\lambda = 267$  nm). Honey samples (5.0 g) were dissolved in water containing formic acid or acetic acid (5%, v/v) and hydrolyzed, then purified by copolymer SPE. For the analyses, HPLC-FLD ( $\lambda_{\text{ex}} = 420$  nm,  $\lambda_{\text{em}} = 480$  nm) or LC-ESI(+)-MS/MS

was used. LC-MS/MS allows for the simultaneous determination of sulfonamides and trimethoprim. If the test sample is not honey, it is sufficient to extract the sample (2.0 g) with acetonitrile when using an LC-MS/MS system. Following solvent exchange, the extract can be injected into the LC-MS/MS system. For the determination of trimethoprim, isotope dilution mass spectrometry (IDMS) was used, and samples were spiked with trimethoprim-d9 ISTD [9].

#### 3.2.2 Determination of macrolides

Components analyzed: tylosin, tilmicosin, spiramycin and erithromycin. Samples were extracted with aqueous TRIS buffer (0.1 M, pH = 10) and the extract was purified by copolymer SPE. Samples were analyzed using LC-ESI(+)-MS/MS with an acidic eluent on a C18 stationary phase [10].

#### 3.2.3 Determination of aminoglycosides

Components analyzed: neomycin, dihydrostreptomycin, streptomycin, apramycin, kanamycin, gentamicin and spectinomycin. Samples (2.0 g) were extracted with aqueous trichloroacetic acid (5%, m/m, pH=1), and were injected directly into the LC-ESI(+)-MS/MS instrument. In the case of sample clean-up, a copolymer SPE column can be used and HFBA as an ion pair reagent. HPLC separation is also carried out by ion pair chromatography, the eluent is water containing 0.1% (v/v) HFBA and acetonitrile (90/10 v/v) with linear gradient elution, the stationary phase being reverse phase C18 [11].

#### 3.2.4 Determination of beta-lactams

The analysis of beta-lactams includes the combined measurement of classical penicillins (amoxicillin, ampicillin, penicillin G, penicillin V, oxacillin, nafcillin, cloxacillin and dicloxacillin) and new generation cephalosporins (cefquinome, ceftiofur, cefalonium, cefazolin, cefapirin, cefalexin and cefoperazone) in foods. With the exception of milk, samples (2.0 g) were extracted with phosphate buffer (pH=6 or 8) or a mixture of acetonitrile and water (50/50 v/v). Cephalosporins can be better extracted from the sample using the latter one. Samples can be purified by SPE or injected directly into the LC-ESI(+)-MS/MS system. Milk samples (5.0 g) were diluted with water (1:1 v/v), centrifuged, purified by copolymer SPE and concentrated. Penicillin G as determined by IDMS, following the dilution of the sample with penicillin G-d7 ISTD [12]. Separation was carried out on a C18 stationary phase with an acidic eluent.

#### 3.2.5 Determination of tetracyclines

Components analyzed: chlortetracycline, 4-epi-chlortetracycline, oxytetracycline, 4-epi-oxytetracycline, tetracycline, 4-epi-tetracycline and doxycycline. Samples (5.0 g) were extracted with McIlwain buffer (pH = 4) and the extract was purified by reverse phase

(C-18 or copolymer) SPE. The samples thus prepared were analyzed by HPLC-DAD ( $\lambda = 365$  nm) or LC-ESI(+)-MS/MS using an acidic eluent and a core-shell C-18 HPLC column [8]. In the case of UV detection, application of a ternary mobile phase (methanol/acetonitrile/aqueous oxalic acid) is necessary to achieve the required chromatographic resolution.

#### 3.2.6 Determination of quinolones

Components analyzed: difloxacin, orbifloxacin, sarafloxacin, ofloxacin, marbofloxacin, enrofloxacin, ciprofloxacin, danofloxacin, norfloxacin, oxolinic acid, nalidixic acid and flumequine. Samples (5.0 g) were extracted with phosphate buffer and the extract was purified on a C18 SPE column, then the target components were determined by HPLC-FLD ( $\lambda_{\text{ex}} = 260/280$  nm,  $\lambda_{\text{em}} = 366/450$  nm) on a C18 reverse phase [13]. Although quinolones can be measured with high selectivity and sensitivity on an LC-MS/MS system, this separation technique still cannot be considered the most suitable, because quantitative evaluation is greatly influenced by the matrix effect when IDMS (isotope dilution mass spectrometry) is not used.

#### 3.2.7 Determination of lincomycin

Lincomycin belongs to the group of lincosamides. It is well extractable from the test sample with pure acetonitrile and then, following a solvent exchange, it can be purified on a cation exchange SPE column in aqueous acetic acid solution (pH = 4.7). Lincomycin can be separated isocratically by LC-ESI(+)-MS/MS on a core-shell C18 HPLC column using an acidic eluent [14].

#### 3.2.8 Determination of griseofulvin

Grisin can also be extracted with acetonitrile and then directly purified on a C18 SPE column. Its quantitative analysis is carried out by HPLC-DAD ( $\lambda = 290$  nm) on a C18 HPLC column using an acidic eluent.

## 4. Results and evaluation

### 4.1 Method validation

For the validation of screening methods for veterinary drugs, a uniform procedure was issued by the European Union Reference Laboratory (EU-RL) in 2010 [15]. According to Annex I of this, analytical methods of drug residues can also be validated as follows: select twenty different blank samples (e.g., twenty different honey samples) and analyze them in parallel, with and without spiking. The level of spiking should be half the MRL value or less. If the range of the detected signals in the twenty spiked samples (for each component) does not overlap with the range of detected signals in the 20 blank samples within the retention time window of the given target compound, then the method can be considered

validated for the given component. Cut-off values can be given for each component as the smallest response of the spiked samples. The dimension of the analytical response is usually absorbance or count. In this case, the detection capability ( $CC\beta$ ) is equal to the spike level set during the validation ( $\leq 0.5 \times \text{MRL}$ ).  $CC\beta$  has several definitions; in the case of a screening method, the  $CC\beta$  is the concentration of the target component in the sample which can be detected by the given analytical method with  $\beta$  error. For group B compounds the permissible error in the case of screening procedures is 5%, i.e.  $\beta=5$ . Calculation of the detection capability is also prescribed for confirmation methods by Commission Decision 2002/657/EC [7]. At the same time, the  $CC\beta$  calculated with the formula for confirmation methods is always higher than the decision limit ( $CC\alpha$ ) of the confirmation method, which is erroneous in principle, since the  $CC\beta$  should be lower than the MRL value. For components with limit values, the  $CC\alpha$  is always higher than the MRL:  $CC\alpha = \text{MRL} + 1.64 \times S_{\text{MRL}}$ , where  $S_{\text{MRL}}$  is the standard deviation of the 20 samples spiked to the MRL value during the validation. During the review of the regulation, evaluation of the  $CC\beta$  is suspended in the case of confirmation methods, and only giving of the  $CC\alpha$  value will be mandatory for confirmation procedures. **Table 1** shows the detection capability of the multicomponent LC-MS/MS screening method in various matrices for different components. Validation was achieved for each component, but the recovery of neomycin and gentamicin proved to be low, the reason for which was the weakly acidic extraction medium.

Validation of honey samples was carried out for the veterinary drugs suitable for the treatment of bees (tetracyclines, sulfonamides, and among aminoglycosides, mainly streptomycin), complemented by the determination of lincomycin and griseofulvin. For the first three groups, recommended values between 20  $\mu\text{g/kg}$  and 50  $\mu\text{g/kg}$  in honey were determined by the EU-RL (ANSES, Fougères, France) [16]. Antibiotics may be effective against the American or European foulbrood of honey bees, however, for the time being, their use in the European Union has not been allowed [17], and so no regulatory limit values exist for them in honey. Regarding the regulation of the veterinary drug content of honeys, a step forward could be the 2013 Codex recommendation for the establishment of an MRL in honey [18]. The 20  $\mu\text{g/kg}$  value recommended by the EU-RL applies to the group of macrolides, including erythromycin and tylosin. At the same time, according to recent studies, these components rapidly metabolize in honey, so only their degradation products (anhydroerythromycin, erythromycin enol ether and desmycosin) can be detected [19], [20], for which, for the time being, there is no recommended value. So far, our measurements have not been extended to include the analysis of these metabolites.

Validation of the confirmation methods is carried out according to the above-mentioned Commission Decision 2002/657/EC [6]. In this case, a considerably larger number of analytical performance characteristics have to be determined, such as selectivity, identification, accuracy, reproducibility, linearity,  $CC\alpha$ , etc. As a new parameter, the evaluation of the matrix effect will be included after the review of the guidance, which will be required in the case of mass spectrometric detection. In our paper, the decision limits ( $CC\alpha$ ) of confirmation methods are given for each component, depending on the matrix. For new components that are yet to be validated, the limit of quantification (LOQ) is reported (**Table 1**).

#### 4.2 International proficiency testing

The EU-RL role of food antibiotics testing is performed by the laboratory of EU-RL (Fougères, France). In the proficiency tests (PT) organized by them, in which participation is mandatory for the national reference laboratories (NRL) of member states, the screening and confirmation measurements of the samples have to be evaluated and reported separately. Previously, authority laboratories had to participate in group-specific proficiency tests (e.g., the detection of tetracyclines in pig muscle, or the determination of beta-lactams in milk), but today it is necessary to analyze samples that are contaminated with antibacterial agents that belong to different antibiotics groups (e.g., the analysis of type B1 antibiotics in eggs or in muscle). In the 2016 and 2017 proficiency tests, the multicomponent LC-MS/MS method was already used by us for the screening of the samples.

In the 2016 proficiency tests, the antibiotics content of four honey samples had to be determined, one of which was negative. In the other three samples, various veterinary drug residues were detected. In the first sample sulfathiazole, in the second tetracycline and 4-epi-teracycline, and in the third sample streptomycin was detected. Identification of the components was adequate using the screening method, the same components could be detected by the confirmation measurements based on LC-MS/MS, while the blank sample did not contain antibiotics according to the confirmation measurements (**Table 3**). Concentrations detected by the confirmation measurements were adequate. In the case of sulfathiazole, a value of 4.76  $\mu\text{g/kg}$  was obtained by the LC-MS/MS measurement, the 6.0  $\mu\text{g/kg}$  value obtained by HPLC-FLD detection could not be reported. However, the higher value obtained using the optical detector proved to be better, based on the report of the organizers of the proficiency test. In the case of the LC-MS/MS measurement, the evaluation of sulfathiazole was performed without IDMS, using the matrix-matched calibration method. The smaller detected value can be explained by the different matrix effects in the matrix-matched calibration samples and the proficiency test sample: if the ion suppression (matrix effect) is greater in the

test sample than in the calibration sample, then it can lead to the underevaluation of the contaminants of the test sample. In the absence of an IDMS, the matrix effect, which occurs in the ion source of the instrument due to background components and influences quantitative evaluation decisively, could not be compensated by the calibration. This hypothesis is supported by the fact that, in the case of optical detection (FLD), a value within the acceptability range (5.7  $\mu\text{g/kg}$  – 14.7  $\mu\text{g/kg}$ ) could be obtained.

This is so because optical detection is not influenced by background matrices, as long as they do not generate a fluorescent signal at the wavelengths where the target components are detected.

In the 2017 proficiency test, the task was to investigate antibacterial agents in freshwater fish for type B1 components. During the LC-MS/MS screening analysis, of the four samples received no target compound was detected in sample no. 1. However, the other samples were contaminated: oxytetracycline and 4-epi-oxytetracycline were detected in the second sample, sulfadiazine and trimethoprim were detected in the third sample, and the last sample contained oxolinic acid. For the confirmation of oxytetracycline, a HPLC-DAD method was used, while for the detection of oxolinic acid the HPLC-FLD technique. For the confirmation analysis of sulfadiazine and trimethoprim, LC-MS/MS was used (**Table 3**). Evaluation of the proficiency test is still ongoing.

During the measurement of tetracyclines and quinolones, optical detection was preferred [7], because this way no IDMS was required for accurate concentration determination. After the results had been submitted, the samples contaminated with oxytetracycline and containing oxolinic acid were analyzed with LC-MS/MS as well. When analyzing oxytetracycline, the sample preparation steps of the HPLC-DAD and LC-MS/MS measurements were identical, and the samples were evaluated using matrix-matched calibration.

Calibration was recorded with a matrix from carp, the type of the proficiency test sample was unknown. The values detected using the HPLC-DAD technique were 33.6  $\mu\text{g/kg}$  4-epi-oxytetracycline and 81.8  $\mu\text{g/kg}$  oxytetracycline. 4-Epi-oxytetracycline concentrations were 30.6  $\mu\text{g/kg}$  and 36.9  $\mu\text{g/kg}$ , while oxytetracycline concentrations were 132  $\mu\text{g/kg}$  and 232  $\mu\text{g/kg}$  for the samples prepared for LC-MS/MS analysis in duplicate. The difference between the retention times of 4-epi-oxytetracycline and oxytetracycline (5.8 min and 6.5 min) is 0.7 min (**Figure 2**). The quantitative determination of the components was not negatively affected by the background in the elution time window of the epimer, however, the matrices entering the ion source of the instrument together with the parent compound (oxytetracycline) had a significant and

irreproducible effect on the signal of oxytetracycline. The matrix effect in the test sample, exhibiting lower ion suppression compared to the matrix effect in the calibration samples, could not be compensated by matrix-matched calibration, and so the concentration detected in the proficiency test sample found to be higher. Additionally, the matrix effect of the test sample could not be repeated in the parallel samples, so in the future further sample clean-up steps or the use of an IDMS might be necessary when using the LC-MS/MS technique. The Z-score value calculated for the value detected by HLC-DAD was -1.3, therefore, it was in the appropriate range.

When analyzing the sample containing oxolinic acid using an LC-MS/MS system, the concentration was found to be 2.5 times higher than the value obtained by FLD detection. The 105  $\mu\text{g/kg}$  value measured by the fluorescent detector is more likely, because optical detection was not influenced by interference, and so the accuracy of the quantitative evaluation was considered satisfactory. The calculated Z-score value for the concentration of 105  $\mu\text{g/kg}$  was -0.9, so the evaluation of the analytical result of the sample contaminated with oxolinic acid was also considered satisfactory. In the absence of an IDMS, detection of oxolinic acid by MS/MS showed a great ion amplification, as a result of which the measured concentration appeared to be several times of the assigned value.

#### 4.3 Monitoring analysis

The applicability of analytical methods can always be verified by the examination of real samples, since during validations, mostly spiked samples are analyzed and samples coming from untreated animals. In the case of real samples, target components are located in the pores between cells or in the intracellular space, whereas spiked samples carry the target compounds on their surface. This may result in significant differences in the recovery of the components. In the course of monitoring studies, samples containing real contamination or blank samples are analyzed. Monitoring samples are predominantly animal tissues (muscle, liver and kidney), or milk, eggs and honey. Commercially available control samples usually also come from treated animals, of these, a honey sample contaminated with sulfaquinoxaline and sulfathiazole was analyzed using the multicomponent LC-MS/MS system (**Table 3**). Target components could be detected and their confirmation analysis proved to be satisfactory as well [9].

Analytical results of the nearly 1,800 samples tested since the introduction of the LC-MS/MS technique as a screening method into the monitoring analyses (April 2017) show that the most common veterinary drug residues belong to the group of tetracyclines. Of the four tetracycline derivatives having legal limit values, all of them could be detected in the different samples (**Table 3**). Contaminated samples included



pig and bovine tissues (muscle, liver and kidney), and a muscle coming from goose. In the urine of a cow treated with tetracycline, a corticosteroid type compound, dexamethasone could be detected using another LC-MS/MS technique [21]. It is likely that the animal was treated with a combined drug containing several active ingredient. The other contaminated samples contained different antibacterial agents. Enrofloxacin and ciprofloxacin (quinolone type antibiotics) were detected in chicken muscle. In honey, sulfadimethoxine (sulfonamide) and trimethoprim (diaminopyrimidine) were detected simultaneously. The role of trimethoprim in the product is to enhance the effect of the sulfonamide, so in addition to sulfonamides, the analysis of trimethoprim residues is definitely necessary.

This is also illustrated by the analysis of a bovine kidney that contained sulfadiazine and trimethoprim as well (Table 3). From among beta-lactams, penicillin G (benzylpenicillin) was detected in bovine kidney. In animal tissue samples, penicillins are unstable even at -20 °C [22]. During the repeat analysis of the sample ten days later, only half the amount of the target component could be detected, despite storage at -18 °C. It is advisable to store samples contaminated with beta-lactam type veterinary drugs in a pH=6 medium at -70 °C for longer shelf life [21].

In cow's milk samples, cefalonium could be detected, which is a cephalosporin, i.e., belongs to the beta-lactam family. Besides this, no other antibacterial agent was found in milk. Of the monitoring samples analyzed, no contamination was detected in eggs so far, and of the target compounds, macrolides, lincomycin and griseofulvin has not yet been identified in any of the samples. One year after the introduction of the multicomponent screening method it can be said that the number of samples containing detectable amounts of contamination has increased considerably over recent years.

The main reason for this is that the measurements are not specific for certain antibiotics groups (e.g., beta-lactams or quinolones, etc.), but the majority of agents belonging to type B1 are covered by a multicomponent screening analysis. Another advantage of the method is that the material cost is minimal, since samples are only extracted during sample preparation and they are analyzed without a purification step so, for example, no solid phase extraction is necessary, which would significantly increase the time and cost of sample preparation. In addition to reducing costs, the efficiency of the analyses was increased successfully with the multicomponent screening method.

### 5. Method adaptation

Within the framework of the cooperation between the National Food Chain Safety Office and Shahid Beheshti University of Medical Sciences (Tehran, Iran) five

Iranian experts arrived at the NÉBIH Étl in May 2017, to learn the multicomponent screening methods as part of an LC-MS/MS training. During the one-week course, the procedure was fully demonstrated and it was tried and learned by the colleagues from Iran. The second half of the training will take place in Tehran, and the objective is to fully implement the method in the Iranian NRL. The training will then continue with the description of confirmation measurements, two of which (tetracyclines and sulfonamides) have already been tried during the first training in Budapest.

Adaptation of the multicomponent method was also successfully tried at the National Reference Laboratory (NRL) in Turkey as part of a one-week training. Within the framework of a twinning project, another training is planned for May 2018, and as a continuation of this, validation of the method is planned by the Turkish colleagues in the near future.

### 6. Conclusions

The efficiency of the veterinary drug residue analytical concept presented in this paper has already been proven with the analysis of 1,800 samples. One year after the introduction of the multicomponent screening method, the efficiency of monitoring analyses has increased considerably, a larger number of contaminations could be detected, compared to previous years. Confirmation of the target components detected by the screening method is carried out by an independent confirmation procedure. Confirmation analyses of the samples containing antibiotic residues confirmed in all cases the presence of the target compound detected by the screening method in the sample.

### 7. References

- [1] Fekete, J., Kormány, R., Fekete, Sz. (2017): Modern folyadékkromatográfia, KromKorm Kft., Budapest, Magyarország
- [2] Tölgyesi, Á., Fekete, J. (2017): Folyadékkromatográfias hármass kvadrupól rendszerű tandem tömegspektrometriai módszerek a gyakorlatban: példák élelmiszer- és bioanalitikai alkalmazásokra, Kromatográfus különszám, Gen-lab Kft., Budapest, Magyarország
- [3] Commission Regulation (EU) 37/2010 (2010): Commission Regulation (EU) No 37/2010 of 22 December 2009 on pharmacologically active substances and their classification regarding maximum residue limits in foodstuffs of animal origin, Off. J. EU. Legis L 15/1.
- [4] Vidékfejlesztési Minisztérium- 10/2002. (I.23.) FVM rendelete. [https://net.jogtar.hu/jr/gen/hjegy\\_doc.cgi?docid=a0200010.fvm](https://net.jogtar.hu/jr/gen/hjegy_doc.cgi?docid=a0200010.fvm) (Acquired: 21.09.2017)

- [5] Malachova, A., Sulyok, M., Beltran, E., Bertsch, F., Krska, R. (2015): Multi-Toxin Determination in Food – The Power of “Dilute and Shoot” Approaches in LC-MS-MS, LCGC Europe 28 p. 542-555
- [6] Breidbach, A., Ulberth, F. (2015): Two-dimensional heart-cut LC-LC improves accuracy of exact-matching double isotope dilution mass spectrometry measurements of aflatoxin B1 in cereal-based baby food, maize, and maize-based feed, Anal. Bioanal. Chem. 407 p. 3159-3167
- [7] Commission Decision 2002/657/EC (2002): Commission Decision of 12 August 2002 implementing Council Directive 96/23/EC concerning the performance of analytical methods and the interpretation of results, Off. J. Eur. Commun. L221/8.
- [8] Tölgyesi, Á., Tölgyesi, L., Békési, K., Sharma, V.K., Fekete, J. (2014): Determination of tetracyclines in pig and other meat samples using liquid chromatography coupled with diode array and tandem mass spectrometric detectors. Meat Sci. 96. p. 1332–1339
- [9] Tölgyesi, Á., Berky, R., Békési, K., Fekete, Sz., Fekete, J., Sharma, V.K. (2012): Quantitative analysis of sulfonamide residues in real honey using high performance liquid chromatography with fluorescence and tandem mass spectrometric detection, J. Liq. Chromatogr. Rel. Tech. 36 p. 1-21
- [10] Dubois, M., Fluchard, D., Sior, E., Delahaut, P. (2001): Identification and quantification of five macrolide antibiotic in several tissues, eggs and milk by liquid chromatography-electrospray tandem mass spectrometry, J. Chromatogr. B 753 p. 189-202
- [11] Zhu, W.X., Yang, J.Z., Wei, W., Liu, Y.F., Zhang, S.S. (2008): Simultaneous determination of 13 aminoglycoside residues in foods of animal origin by liquid chromatography-electrospray ionization tandem mass spectrometry with two consecutive solid-phase extraction steps, J. Chromatogr. A 1207 p. 29-37
- [12] Di Rocco, M., Moloney, M., O'Beirne, T., Earley, S., Berendsen, B., Furey, A., Danaher, M. (2017): Development and validation of a quantitative confirmatory method for 30  $\beta$ -lactam antibiotics in bovine muscle using liquid chromatography coupled to tandem mass spectrometry, J. Chromatogr. A 1500 p. 121-135
- [13] Rose, M.D., Bygrave, J., Stubbings, G.W.F. (1998): Extension of multi-residue methodology to include the determination of quinolones in food, Analyst 123 p. 2789-2796
- [14] Tölgyesi, Á., Fekete, Sz., Békési, K., Tóth, E., Sharma, V.K., Fekete, J. (2012): Fast analysis of lincomycin in honey, muscle, milk, and egg using liquid chromatography-tandem mass spectrometry, J. Chromatogr. Sci. 50 p. 190-198
- [15] CRLs (2010): Guidelines for the validation of screening methods for residues of veterinary medicines (Initial validation and transfer). Community Reference Laboratories 20/1/2010. [http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/residues/Guideline\\_Validation\\_Screening\\_en.pdf](http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/residues/Guideline_Validation_Screening_en.pdf) (Acquired: 21.09.2017)
- [16] CRL Guidance Paper (2007): CRLs view on State of the art analytical methods for national residue control plans, RIVM-NL [http://www.bvl.bund.de/SharedDocs/Downloads/09\\_Untersuchungen/EURL\\_Empfehlungen\\_Konzentrationsauswahl\\_Methodenvalidierungen.pdf?\\_\\_blob=publicationFile](http://www.bvl.bund.de/SharedDocs/Downloads/09_Untersuchungen/EURL_Empfehlungen_Konzentrationsauswahl_Methodenvalidierungen.pdf?__blob=publicationFile) (Acquired: 21.09.2017)
- [17] Hawari, K.E., Mokh, S., Doumyati, S., Iskandarani, M.A., Verdon, E. (2017): Development and validation of a multiclass method for the determination of antibiotic residues in honey using liquid chromatography-tandem mass spectrometry, Food Addit. Contam. Part A 34 p. 582-597
- [18] JECFA (2013): Joint FAO/WHO Expert Committee On Food Additives. Seventy-eighth meeting (Residues of veterinary drugs); 2013 Nov 5–14; Geneva. Available from: [http://www.fao.org/fileadmin/templates/agns/pdf/jecfa/JECFA\\_78\\_Summary\\_report\\_Version\\_final.pdf](http://www.fao.org/fileadmin/templates/agns/pdf/jecfa/JECFA_78_Summary_report_Version_final.pdf) (Acquired: 21.09.2017)
- [19] Forsgren, E. (2010): European foulbrood in honey bees, J. Invertebr. Pathol. 103 p. S5–S9
- [20] Genersch, E. (2010): American Foulbrood in honeybees and its causative agent, Paenibacillus larvae, J. Invertebr. Pathol. 103 p. S10–S19
- [21] Tölgyesi, Á., Sharma, V.K. (2017): Szteroi származékok LC-MS/MS módszerű analízise: szelektív minta-előkészítési eljárások kevert módú szilárd fázisú extrakció és pH-kontroll alkalmazásával, Élelmiszervizsgálati Közlemények 63 p. 1377-1389
- [22] Berendsen, B.J.A., Elbers, I.J.W., Stolker, A.A.M. (2011): Determination of the stability of antibiotics in matrix and reference solutions using a straightforward procedure applying mass spectrometric detection, Food Addit. Contam. 28 p. 1657–1666





A kép illusztráció / Picture is for illustration only  
Fotó/Photo: Pixabay

Tompos Barbara<sup>1</sup>

Érkezett: 2016. november – Elfogadva: 2017. június

## Sörök érzékszervi fejlesztési irányainak meghatározása a penalty analízis módszerével

**Kulcsszavak:** termékoptimalizálás, fogyasztói kedveltség, optimum skála (JAR), sör

### 1. Összefoglalás

Kutatásomban az érzékszervi termékfejlesztési irányok meghatározásának egyik módszerét mutatom be különböző sörök kedveltsége és az azt befolyásoló érzékszervi jellemzők vizsgálata alapján. Hat különböző sört teszteltem, amelyekből négy kereskedelmi forgalomban kapható (Löwenbrau, Staropramen, hidegkomlós Dreher, Soproni) kettő pedig sörfőzdében készített (lágér, hidegkomlós lágér). A söröket 63 egyetemista minősítette. Közöttük 37 nő, 26 férfi volt, életkoruk a 18-27 év közötti tartományba esett.

A fogyasztók (laikus bírálók) az érzékszervi kedveltség bírálatokat két különböző skálán értékelték. Először tulajdonságokként – szín, általános illatintenzitás, citrusos illat, gyümölcsös illat, keserű illat, malátás illat, élesztős illat, általános ízintenzitás, citrusos íz, gyümölcsös íz, keserű íz, malátás íz, élesztős íz, édes íz, savanyú íz – egy 9 elemű strukturált optimum skálán (just about right, JAR) végezték a bírálatokat (1=túl gyenge, 5=pont jó, 9=túl erős). A JAR-adatok fontos jellemzője a kétirányúság, mivel az adatfeldolgozásban nemcsak az optimum ponttól való eltérés, hanem az eltérés iránya is lényeges.

A tulajdonságokénti értékelés után a tesztelők a termékek globális kedveltségére is választ adtak egy 9 elemű strukturált, de folyamatosan növekvő skálán (1=egyáltalán nem, 2=nagyon nem, 3=mérsékelten nem, 4=kissé nem, 5=közömbös, 6=kissé kedvelt, 7=mérsékelten, 8=nagyon kedvelt, 9=mindennél jobban). A penalty analízis módszerét a két skála együttes értékelésére dolgozták ki, amelyet XL-Stat szoftverrel értékeltem. A penalty analízis eredménye alapján megadható, hogy mely érzékszervi tulajdonságok befolyásolják leginkább egy termék érzékszervi globális kedveltségét a fogyasztók körében, illetve milyen irányba célszerű megváltoztatni a termékfejlesztések során. Az eredmények alapján a bírálók az erőteljes, friss, gyümölcsös ízvilágot kedvelték, és a Dreher hidegkomlós sör volt magasan a legkedveltebb, míg a többi sört túl keserűnek, jellegtelennek érezték.

### 2. Bevezetés és szakirodalmi áttekintés

A magyarországi élelmiszerpiac és ezzel együtt az alkoholos italpiac szerkezete, keresleti és kínálati oldala jelentősen átalakult az elmúlt 25 évben. Az alkoholos italok előállítása a 90-es években a magyar élelmiszeripar egyik dinamikusan fejlődő ágazata volt, elsősorban a nagy multinacionális cégek beruházásainak köszönhetően. A keresleti és kínálati oldal átalakulása gyökeres változásokat okozott fo-

gyasztói igények minőségi irányba történő eltolódásában. A fogyasztási szokások megváltozása mellett új terméktípusok is születtek. Ezen változásokat több év viszonylatában érdemes vizsgálni. [1].

Az elfogyasztott mennyiségeket tekintve a lakossági élelmiszer-fogyasztást a Központi Statisztikai hivatal méri a háztartás-statisztika keretében végzett rendszeres naplóvezetés segítségével, valamint élelmiszertermékek összeállításával. Az élelmiszertermé-

<sup>1</sup> Szent István Egyetem, Élelmiszertudományi Kar, Árukezelési és Érzékszervi Minősítési Tanszék



gek valójában a lakosság számára rendelkezésre álló fogyasztható mennyiségeket (kínálatot) jelenti, jellemzően alapanyagokra vonatkoztatva. Az alkoholos termékek kínálati oldalát megvizsgálva egyértelműen látszik az alkoholos piac szerkezeti átalakulása. A kínálati oldalon 1990-ben 105,3 liter sör 1999-re folyamatosan lecsökkent 68 literre, majd innen 2007-ig enyhe emelkedés után már 66,7 literre fogyott. A borelőállítás 1990-ben 27,7 liter volt, amely 2001-2006 között érte el csúcspontját 33-34 literrel, viszont utána folyamatos csökkenés volt tapasztalható, 2014-re már csak 21,8 liter volt. Az égetett szeszesitalok mennyisége 8,5 literrel (1990) 6,4 literre csökkent (2013). A legutolsó év adatai azt mutatják, hogy míg a bor és az égetett szeszesitalok emelkedtek, addig a bor mennyisége csökkent (**1. ábra**).

A mennyiségi változásokkal párhuzamosan a magyar sörpiac átalakulása volt megfigyelhető. Az 1990-es években kezdődő sörpiac liberalizációja révén a jellemzően külföldi tulajdonú nagyüzemek mellett elsősorban 2000 után folyamatosan jöttek létre a kézműves, kisüzemi sörfőzdék. A kisüzemi kézműves sörpiac térnyerését elsősorban a hazai gasztrokultúra fejlődése, a „street-food” mozgalom, fesztiválok, versenyek és sörmester továbbképzések segítették. A kisüzemi sörfőzdék előnye a nagyüzemekhez képest, hogy könnyebben tudnak alkalmazkodni az új sörfogyasztási igényekhez, irányzatokhoz. Ahhoz, hogy az előállított sör a fogyasztói igényeknek leginkább megfeleljen, mindenképpen meg kell ismerni az adott célközönség, fogyasztói szegmens termékkel kapcsolatos igényeit. Ennek megfelelően már a fogyasztói igényekhez célzottan lehet igazítani a sör

megjelenését, receptúráját, technológiai lépéseit, érzékszervi paramétereit [3], [4]. Ugyanakkor a termék-választás vagy a fogyasztás helye, ideje és mennyisége erősen társadalmi beágyazottságú, nem lehet csak a kereslet-kínálat közgazdasági megközelítését alkalmazni, hiszen számos tanulmány bizonyította, hogy a fogyasztói racionalitást számos tényező befolyásolja [5], [6], [7].

Egyre több nagyüzemi vállalat ismeri fel, hogy ma már csak kitűnő minőségű alapanyagokból és a jó higiéniai gyakorlatok, illetve technológiai lépések betartása mellett lehetséges megfelelő érzékszervi tulajdonságokkal rendelkező sört előállítani. A sör fő összetevője a víz, ezért az előállítás során felhasznált ivóvíz minőségének kulcsszerepe van, amit érdemes mikrobiológiai, analitikai és érzékszervi oldalról is elemezni [8].

A fogyasztók által megszokott receptúrákon túl, igény jelentkezik a különleges karakterű sörök iránt. A jelenlegi sörfogyasztási szokásokat egyre inkább az aktuális irányzatok, új receptúrák befolyásolják, és ezekre főként a komló és annak újnemesítésű fajtái vannak hatással. A komló citrusos, fenyős, gyümölcsös, fűszeres aromájának kiemeléséhez a hidegkomlózás technológiai lépése terjedt el. Ennél a módszernél a komlót nem forralják, csupán a komlózás utolsó szakaszában adják a sörléhez, így jellemzően friss, virágosabb, gyümölcsösebb, fűszeresebb aromát kölcsönöz a kész sörnek, amely jelentősen befolyásolhatja a termékek érzékszervi kedveltségét. Az aromakomló használata a magyar sörpiacon a kisüzemi sörfőzdék térnyerésével terjedtek el, ugyanakkor a nagyüzemi sörfőzésben is alkalmazzák,

integrált minőségirányítási és élelmiszer-biztonsági rendszerek gyakorlatainak megfelelően (Dréher Hidegkomlózott láger) [9], [10].

A szakirodalom az érzékszervi bírálókat képzettségük szerint három kategóriába sorolja: laikus/fogyasztói bírálók, képzett bírálók, szakértő bírálók. Különböző típusú feladatokhoz különböző képzettségű bírálók alkalmazása szükséges [11].

A képzett és szakértői bírálók speciális, többlépcsős bíráló kiválasztó teszteken esnek keresztül, ahol az érzékszerveik „mérési határait” érzékszerveik ingerküszöbét, pontosságát tesztelik, valamint az érzékszervi tudományterülethez kapcsolódóan ismereteket sajátítanak el, illetve jártasságot szereznek a tesztelendő termékek, skálák, módszerekkel szemben [12]. Az érzékszervi bírálók elkülönítő képességének, ismétlődő képességének, és egyetértésének tesztelésére számos módszert fejlesztettek ki [13], [14], [15], [16], [17], [18].

A fogyasztói tesztekkel megismerhető, hogy a vásárlók melyik terméket kedvelik vagy részesítik előnyben. Több tanulmány rámutatott, hogy a kizárólag kedveltségi (hedonikus) mérésekkel kevésbé lehetséges a jövőbeni kedveltség előrejelzésére, ezért a kedveltségi módszerek megbízhatóságának mérésekor figyelembe kell venni az emberek változó viselkedését [19], [20], [21]. A fogyasztók (laikus bírálók) szerepe a minőségirányításban megkerülhetetlen, hiszen a termék megvásárlásával és elfogyasztásával ők végzik a „végellenőrzést”. Ízlésviláguk igen változatos, lényegében szinte lehetetlen olyan terméket előállítani, amely minden fogyasztói csoport ízlését kielégíti, ezért célszerű a termékeket adott fogyasztói szegmens részére optimalizálni [22], [23], [24].

Az élelmiszeripari termékoptimalizálás során a fogyasztói igényeknek megfelelően számos szempont alapján fejlesztik a termékeket. A főbb szempontok: élelmiszer-biztonság, tápérték, érzékszervi jellemzők,

logisztikai megoldások stb. Érzékszervi szempontból számos tudományos kutatást végeztek a Szent István Egyetem Érzékszervi Minősítési Laboratóriumában, többek között aleuronban gazdag tészták és kenyerek [25], [26], különböző kávéitalok [27], kenőmargarinok [28], [29], kóla italok [30], gyorsfagyasztott csemegekukorica termékek [31], [32], almaitalok [33], tea italok [34], ízesített kefirek [35], ízesített palackozott vizek [36] esetében elvégzett fogyasztói preferencia tesztekkel. A preferenciamódszer lényege, hogy matematikai összefüggést határoz meg egy adott termékcsoportra alkalmazott nagy létszámú laikus (naïve) fogyasztó által végzett kedveltségvizsgálat és egy kis létszámú szakértői bíráló csoport által végzett érzékszervi vizsgálat között [37]. Ma már ismeretesek olyan új, szemkamerás módszerek, amelyek a fogyasztók szemmozgását nyomon tudják követni, lehetővé téve ezzel a termék optimalizálását [38], [39], [40].

Az érzékszervi vizsgálatok értékelése többségében valamilyen skálán alapul. A skálázás során a bírálók a vizsgált élelmiszer által az agyban kiváltott érzet mértékét vizsgálják közvetve. A pszichofizikai megközelítés alapján amennyiben a fizikai stimulus ereje növekszik, úgy az érzet növekedésének mértéke matematikailag modellezhető [41]. Természetesen a kiértékelés lehetőségeit alapvetően befolyásolja, hogy nominális, ordinális skálán, intervallum-, vagy arányskálát használnak-e a bírálók. Az érzékszervi vizsgálatokhoz számos skálatípust alkalmaznak és fejlesztettek ki: strukturálatlan vonalskálát, strukturált vonalskálát, kategória skálát, optimum skálát, nagyságrendi becslőskálát stb. [42]. A preferencia-vizsgálatok egy termék elfogadottságát illetve kedveltségét mérik. A fogyasztó ebben az esetben mérőeszközként szolgál, és jellemzően egy skálán jelöli meg az érzetének megfelelő értéket vagy leíró kifejezést [43], [44]. A kedveltségi vizsgálatok során igen gyakran alkalmazzák a strukturált optimum skálát (JAR – Just About Right), amelyben a bírálókat arról kérdezik, hogy milyennek érzékelik a termék adott



A kép illusztráció / Picture is for illustration only  
Fotó/Photo: Pixabay

1. ábra. A rendelkezésre álló alkoholos italok mennyisége KSH, STADAT, 1990-2014 [2]  
Figure 1 The volume of available alcoholic beverages KSH, STADAT, 1990-2014 [2]



érzékszervi jellemzőjét (pl. édesség): túl erőteljes, túl gyenge, vagy esetleg pont jó. A skála közepén a „pont jó” érték szerepel, míg a két végén az adott tulajdonsággal kapcsolatos két véglet. Ezt a vizsgálati módot azért hozták létre, hogy segítsék megérteni, hogy a fogyasztók miért kedvelnek, vagy nem kedvelnek egy terméket; illetve, hogy a fogyasztói elfogadottság növelése érdekében hogyan irányítsák a termékfejlesztést [45].

Az optimum skálák (JAR) bipoláris jellege miatt egymástól eltérő értékelési módszereket fejlesztettek ki. A kizárólag a JAR-értékek alapján történő elemzéshez a százalék, átlag, egymintás t-próba, korrespondencia elemzés, főkomponens elemzés,  $\chi^2$ -próba és variancia analízis statisztikai módszereit alkalmazzák [46]. A legelterjedtebb kiértékelési eljárás a penalty analízis, amely figyelembe veszi a kedveltségi értékeket is [47, [48], [49].

Természetesen számos további módszer jelent meg a penalty analízis módosításával kapcsolatban, amelyeket Gere [42] nyomán sorolok fel: bootstrapped penalty analysis [50], lineáris regresszió [51], többszörös lineáris regresszió [46], többváltozós adaptív simító görbevonalak [50], kanonikusváltozó-elemzés (canonical variate analysis, CVA) [45] és általánosított párkorrelációs módszer (generalized pair-correlation method, GPCM) [52].

### 3. Célkitűzés

Kutatásom témájaként különböző sörök kedveltségét, és az azt befolyásoló paraméterek vizsgálatát választottam. Első lépésben célom volt meghatározni az egyes sörök érzékszervi jellemzőinek fejlesztési irányait. Második lépésben azokat az érzékszervi tulajdonságokat céloztam meghatározni, amelyek megváltoztatása a legnagyobb hatással van a termék globális kedveltségére vonatkozóan. Ezekkel összhangban azt szándékoztam feltárni, hogy a sörök kedveltségét mely érzékszervi tulajdonságok befolyásolják leginkább, és a bírálók mennyire tesznek különbséget a prémium, nem prémium és a hidegkomlós termékek ízvilága között.

## 4. Anyag és módszer

### 4.1. A vizsgálatba vont sörök és sörkészítés

A vizsgálatok során hat különböző sört teszteltem, amelyekből négy, kereskedelmi forgalomban kapható (Löwenbrau, Staropramen, hidegkomlós Dreher, Soproni) kettő pedig félüzemi körülmények között, a Szent István Egyetem Sör és Szeszipari Tanszékén készült (láger, hidegkomlós láger). A sörök elkészítéséhez használt alapanyagokat az **1. táblázatban** mutatom be.

A sörök elkészítéséhez első lépésben a malátákból táramérlegben kimértük a megfelelő mennyiségeket, majd a malátaőrölő berendezésben megőröltük azokat. A sörfőző berendezés cefretartályát 40 liter vízzel töltöttük fel, majd beleöntöttük a malátaőrleményt. Ezt követően a cefretartály köpenyébe meleg vizet engedtünk, ezzel az elegyet 52 °C-ra melegítettük. A maláta-víz arányt az első főzésnél 1:3,5 értékre állítottuk be. Az első lépcső az 52 °C-on történő fehérjebontó pihenő. Ebben a lépésben az endo-, és exopeptidázok kezdenek el működni, aminek hatására a cefre fehérjetartalma lebomlik, amely hozzájárul a sör habtartósságának növeléséhez.

A fehérjebontó lépés 15 percig tartott. Ezt követte a  $\beta$ -amilázos lépcső (62 °C, 45 perc). Ekkor a  $\beta$ -amiláz hatására a nem redukáló láncvégekről kettesével glükóz egységek hasadnak le addig, amíg az enzim  $\alpha$ -1,6-os kötésig ér. A harmadik lépcső az  $\alpha$ -amilázos bontás (72 °C, 20 perc). Az enzim hatására  $\alpha$ -határdextrinek keletkeznek. Ezt a lépést a jódnormál állapotig végeztük. Pálca segítségével mintát vettünk a bekeverő tartályból, és jóid hozzácéppentésével vizsgáltuk, hogy maradt-e még keményítő a cefrében. Ezután a cefrét a szűrőkádba áramoltattuk. Egy alsó csövön a tartály alján vezettük be a cefrét, valamint a csőből a levegőt eltávolítottuk, hogy a cefre minél kisebb mértékben érintkezzen a levegő oxigénjével. Húsz perc ülepítés után a színleélvétel következett. A színle a szűrőből a komlóforralásba került. A szűrőbe másolvizet engedtünk, majd még két másolást engedtünk át a szűrőn. Ez a folyamat 50 percig tartott.

1. táblázat. A Sörkészítéshez felhasznált alapanyagok  
Table 1 Raw materials used for beer-making

Egyszerű láger Simple lager		Egyszerű láger Simple lager		Hidegkomlós láger Cold hop lager		Hidegkomlós láger Cold hop lager	
Maláta / Malt	kg	Komló / Hops	g	Maláta / Malt	kg	Komló / Hops	g
Pilseni / Pilsner	8.4	Perle	37	Pilseni / Pilsner	7	Perle	37
Pale-ale	2.4	Citrakomló Citra	10	Pale-ale	2	Citrakomló Citra	10
Caragold	1.2			Caragold	1		
Egyéb felhasznált anyagok: sörfőző víz, élesztő (Brewmasters lager típusú). Egyéb eszközök: táramérleg, malátaőrölő berendezés. Other materials used: brewing water, yeast (Brewmasters lager type). Other instruments: balance, malt mill.							

Szűrés után meghatároztuk a sörlé szárazanyag-tartalmát tömegszázalékra vonatkoztatva (Balling fok). A mérés eredménye 17,7 B° lett.

A komlóforralás 60 percen keresztül tartott. A keserűkomlót (Perle komló) a forrás tizedik percében adagoltuk a forraló üstbe. A komló a kész sör keserűségét adja. Ez a komlófajta mintegy 10%  $\alpha$ -savtartalma hő hatására izomerizálódik, ez az átalakulás eredményezi a keserű ízt. Az aromakomlót (citra komló) a forralás befejezése előtt 5 perccel adtuk hozzá a sörléhez. Az aromakomló nem a keserűségért, hanem a friss, citrusos ízéért felel, a benne lévő  $\alpha$ -savtartalom nem játszik szerepet a keserű íz kialakításában. A komlóforralás végére a sör 12,9 B°-os lett. Ezt követően a sörlé örvénykádban 10 percet pihent, ahol a maradék, kisebb üledékek leülepedtek. Ezután a sört a hűtőtartályban 12 °C-ra hűtöttük. A lehűtött sörlé egy 13 literes erjesztőkádba került, ahol 50 g élesztőt (Brewmasters lager) adtunk hozzá.

A második főzet egy hidegkomlós láger volt, melyet egy időben készítettem az egyszerű lágerrel. A felhasznált malátatípusok megegyeztek az utóbbiával, azzal a különbséggel, hogy 40 liter vízhez csak 10 kg malátát használtunk. Ennek oka az volt, hogy a kezdeti Balling-fok az egyszerű lágernél túl magas értékről indult. A kezdeti maláta-víz arány itt csak 1:4-hez így a kezdeti Balling fok itt csak 15,5 B° lett. Ennek a sörnek az elkészítése teljesen megegyezett az egyszerű láger elkészítésével, annyi módosítással, hogy a komlózásnál az aromakomlót a forralás legvégén adagoltuk a sörlébe. A komlóforralás végére a sörlé 10,8 B°-os lett. Lehűtés után a 13 literes erjesztő tartályba szivattyúztuk a sörlevet, ahol hozzáadtuk az élesztőt, majd elindult az erjedés. Az erjedés két hétig tartott, majd a söröket palackokba csapoltuk. Ezután kerültek a minták a Szent István Egyetem Érzékszervi Minősítési Laboratóriumába érzékszervi tesztekre.

### 4.2 Az érzékszervi bírálat

A söröket 63 egyetemista (37 nő 26 férfi; 18-27 év) minősítette. A fogyasztók (laikus bírálók) nem rendelkeztek semmilyen érzékszervi előképzettséggel, mivel célom nem a termékek leíró elemzése volt, hanem az egyes termékfejlesztési irányok feltárása a fogyasztói elfogadás/kedveltség alapján. A fogyasztók (laikus bírálók) az érzékszervi kedveltségi bírálatokat két különböző skálán értékelték. Először tulajdonságokként – szín, általános illatintenzitás, citrusos illat, gyümölcsös illat, keserű illat, malátás illat, élesztős illat, általános ízintenzitás, citrusos íz, gyümölcsös íz, keserű íz, malátás íz, élesztős íz, édes íz, savanyú íz – egy 9 elemű strukturált optimum (JAR) skálán végeztek a bírálatokat (1=túl gyenge, 5=pont jó, 9=túl erős). A JAR-adatok fontos jellemzője a kétirányúság, mivel az adatfeldolgozásban nemcsak az optimum ponttól való eltérés, hanem az eltérés iránya is lényeges. A tesztelők tulajdonságokénti értékelés után a termékek globális kedveltségére is választ adtak egy 9 elemű strukturált, de folyamatosan növekvő skálán (1=egyáltalán nem, 2=nagyon nem, 3=mérsékelten nem, 4=kissé nem, 5=közömbös, 6=kissé kedvelt, 7=mérsékelten, 8=nagyon kedvelt, 9=mindennél jobban).

Az érzékszervi kísérlet megtervezését, végrehajtását, és az adatok összegyűjtését egy speciális, felhő alapú RedJade érzékszervi szoftverrel hajtottam végre. Segítségével automatizáltan megoldható volt a sörminták véletlen számmal történő kódolása, a minták rotációja, valamint az érzékszervi tesztelés számítógépes végrehajtása és adatgyűjtése. A kigyűjtött adatokon, a két skála együttes értékelésére dolgozták ki a penalty analízis módszerét, amelyet XL-Stat szoftverrel értékelttem. Az érzékszervi bírálatok kérdései után egy rövid szocio-demográfiai felmérést végeztem a tesztelők nemére, korára, fogyasztási gyakoriságra, lakhelyére, havi nettó keresetére vonatkozóan.



A kép illusztráció / Picture is for illustration only  
Fotó/Photo: Pixabay



#### 4.2.1 A penalty elemzés lépései

Az adatokat a penalty analízis módszerével Excel környezetben programozott XL-Stat szoftverrel értékeltem a szoftver honlapján található útmutató (tutorial) segítségével [53], [54]. A XL-Stat program először a 9 elemű strukturált optimum skálák (JAR) információját tulajdonságokként három elemű skálába sűríti (1-4→1=túl gyenge, 5→2=pont jó, 6-9→3=túl erős). Ezután kiszámítja a „túl gyenge”, a „pont jó” és a „túl erős” csoportokra az egyes csoportok átlagos kedveltségi értékeit. A büntetések kiszámítása úgy történik, hogy a „túl gyenge” és a „túl erős” átlagát kivonják a „pont jó” csoport átlagos kedveltségi értékeiből. A kapott különbségek az úgynevezett „Mean Drop” ábrán ábrázolhatók. A pontdiagramban a különbségeket a kategóriában szereplő fogyasztók százalékos számával szemben ábrázoljuk. Minél magasabb a Mean Drop érték és minél több fogyasztó érzékelte adott termék érzékszervi jellemzőjét túl alacsonynak vagy túl magasnak, annál fontosabb az adott tulajdonság (jellemző), amelyet a termékfejlesztés során érdemes megváltoztatni annak érdekében, hogy a terméket összességében a fogyasztók jobban kedveljék.

A program kimeneti oldalon számos táblázatot és ábrát is elkészít automatikusan. Ezek a következők:

1. Leíró statisztika táblázata a vizsgált érzékszervi változókról (résztevők száma, hiányzó adatok, minimum, maximum, átlag, szórás értékek).
2. Spearman-féle korrelációs táblázat, amely az érzékszervi változók együtt-járásának szorosságát

mutatja. Ha az érzékszervi jellemzők korrelációja szignifikáns ( $\alpha=0,05$ ), úgy a szorosság vizsgálható. Az értékelés során elsősorban a globális kedveltség és JAR változók korrelációja a fontos. Az a kérdés, hogy mely JAR változónak van szignifikáns hatása a globális kedveltségre, és mekkora a hatása?

3. A JAR szintek százalékos eloszlásának ábrája, a JAR tulajdonságok értékeinek gyakoriságából kiszámítva (1-9), majd ennek sűritése (1-3).
4. Penalty táblázat a következőket tartalmazza:
  - a. a JAR dimenziók nevét, JAR adatok 3 összevont szintjét;
  - b. az egyes szintekhez tartozó gyakoriságokat és százalékokat;
  - c. az egyes szintekhez tartozó összes kedveltséget, az egyes szintekhez tartozó átlagos kedveltséget;
  - d. a „túl erőteljes” és a „túl gyenge” értékekhez tartozó Mean Drop értékeket (ez a JAR szintekhez tartozó átlag kedveltség; és a „túl erőteljes” és „túl gyenge” szintek közötti különbség; ez az információ azért fontos, mert megmutatja, hogy hány kedveltségi pontot veszítünk azzal, ha egy tulajdonság „túl erőteljes” vagy „túl gyenge”);
  - e. a  $p$ -értékeket, amelyek a másik két szint („túl erőteljes” vagy „túl gyenge”) átlagát a JAR szint átlagával összehasonlító  $t$ -próba eredményeire vonatkoznak;
  - f. automatikusan kapunk egy értelmezést, amely a választott szignifikancia szinttől függ ( $\alpha=0,05$ );

- g. a penalty értékek az átlagok súlyozott különbségét (JAR kedveltség átlaga- többi szint kedveltségének átlaga együtt); (ez mutatja, hogy hány pontot veszítünk a kedveltségből, ha a termék nem olyan, mint amilyennek a fogyasztó elvárná);
  - h.  $p$ -értékeket, amelyek a JAR szint átlagának, és a többi szint átlagának összehasonlító tesztjére vonatkoznak;
  - i. automatikusan kapunk egy értelmezést, ami a választott szignifikancia szinttől függ (itt 5%);
5. Mean Drop ábra. Az egyes tulajdonságok túl erős (piros +) és túl gyenge (kék -) értékeit jeleníti meg. Az  $x$  tengelyen azon fogyasztók számának százalékos értéke látható (az  $y$  tengelyen a Mean Drop érték a tulajdonság fontosságát adja);
  6. Penalty ábra. Az  $y$  tengelyen a büntetések pontszáma látható, az  $x$  tengelyen pedig a JAR változók találhatók. Az ábra azt mutatja meg, hogy mely változók voltak egymással szignifikánsak, melyek nem, illetve, hogy mely változót jellemezte a fogyasztók kevesebb, mint 20 %-a [54].

#### 5. Eredmények

A vizsgált termékek közül a legkedveltebbnek a Dreher hidegkomlós sör bizonyult, amely átlagosan 6,3 kedveltségi pontot kapott. A bírálók között ennél a terméknel volt a legnagyobb az egyetértés is, hiszen ennek kedveltségi értéknek volt legkisebb a szórása (1,8). A legkevesebb kedveltségi pontot átlagosan az egyetemen készült sima sör (4,3), illetve a hidegkomlós láger sörök (4,0) kapták. A szórásértékek is

ezeknél a söröknél voltak a legnagyobbak (2,2-2,4). A Löwenbrau, Soproni és Staropramen sörök közelítőleg egyenlő kedveltségi pontot és szórásértékeket kaptak (1,9-1,9-2,0) (2. ábra).

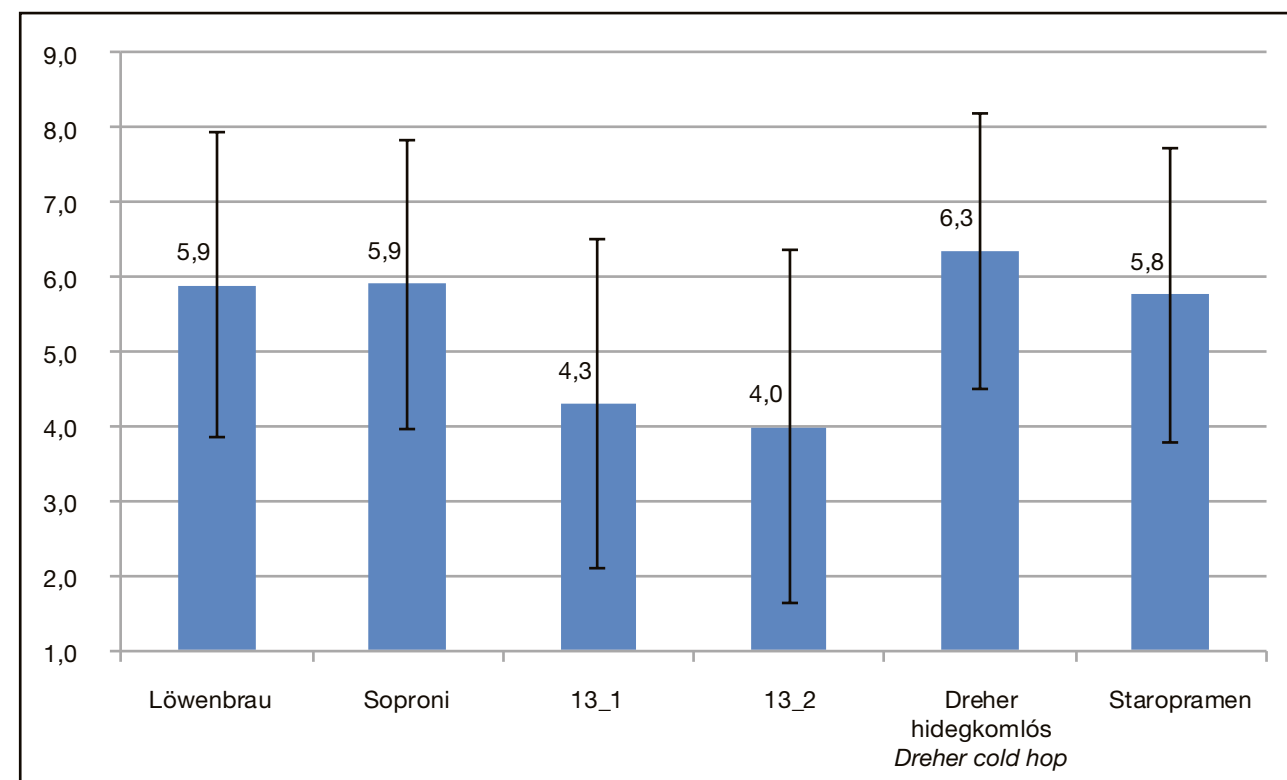
Az eredmények kiértékelését a legtöbb **összkeveltségi** vagy globális kedveltségi (OverAll Liking – OAL) pontot elérő Dreher hidegkomlós sör példáján mutatott be.

A Dreher hidegkomlós sör Spearman-féle korrelációs táblázata az összes változó együttjárásának szorosságát mutatja. A penalty analízis szempontjából az **összkeveltség** (OAL) és a többi JAR érzékszervi paraméter **összefüggései** a fontosak. Az értelmezésnél figyelembe kell venni, hogy a szignifikáns korreláció azt jelenti, hogy a JAR változó kevésbé hat az **összkeveltségre**. A korreláció ideális esetben zérus (ez az értelmezésbeli különbség a két különböző skálából ered). Az eredmények alapján több érzékszervi paraméter között szignifikáns összefüggés adódott, ugyanakkor a Dreher hidegkomlós sör kedveltségét egyik változó sem befolyásolta szignifikánsan (2. táblázat).

A 3. ábrán látható, hogy a legtöbb tulajdonság esetében a bírálók leginkább túl gyengének (kék színű) vagy pont jónak (zöld színű) érezték az adott szint, ízt vagy illatot. Az értékek közül kiemelkedik a túl gyenge színintenzitás, gyümölcsös, keserű és malátás illat, és gyümölcsös íz, valamint a túl erőteljes savanyú íz (piros színű).



A kép illusztráció / Picture is for illustration only  
Fotó/Photo: Pixabay



2. ábra. A sörök összefoglaló kedveltségi ábrája  
Figure 2 Summary popularity chart of beers

2. táblázat. Dreher hidegkomlós sör Spearman féle korrelációs mátrixa  
Table 2 Spearman correlation matrix of the Dreher cold hop beer

Tulajdonságok Attributes	OAL OAL	Szín Color	Általános illatintenzitás Global odor intensity	Citrusos illat Citrus odor	Gyümölcsös illat Fruity odor	Keserű illat Bitter odor	Malátás illat Malt odor	Élesztős illat Yeast odor
OAL / OAL	1.000	0.052	0.156	0.050	0.123	0.177	0.145	0.099
Szín / Color	0.052	1.000	0.173	0.033	0.063	0.088	0.118	0.063
Ált. illatintenzitás General odor intensity	0.156	0.173	1.000	0.491	0.394	0.035	-0.034	-0.185
Citrusos illat Citrus scent	0.050	0.033	0.491	1.000	0.520	0.009	-0.029	-0.051
Gyümölcsös illat Fruity scent	0.123	0.063	0.394	0.520	1.000	-0.146	-0.199	-0.249
Keserű illat Bitter scent	0.177	0.088	0.035	0.009	-0.146	1.000	0.528	0.594
Malátás illat Malt scent	0.145	0.118	-0.034	-0.029	-0.199	0.528	1.000	0.643
Élesztős illat Yeast scent	0.099	0.063	-0.185	-0.051	-0.249	0.594	0.643	1.000
Ált. ízintenzitás General flavor intensity	-0.198	0.135	0.149	0.224	-0.035	0.157	0.114	0.045
Citrusos íz Citrus flavor	0.123	-0.075	0.382	0.646	0.398	-0.068	-0.043	-0.002
Gyümölcsös íz Fruity flavor	0.163	0.067	0.316	0.461	0.647	-0.237	-0.218	-0.132
Keserű íz Bitter flavor	-0.075	-0.012	-0.154	-0.075	-0.243	0.474	0.280	0.274
Malátás íz Malt flavor	-0.010	0.025	0.005	-0.083	-0.240	0.322	0.529	0.352
Élesztős íz Yeast flavor	-0.074	0.014	-0.224	-0.168	-0.357	0.453	0.411	0.580
Édes íz Sweet flavor	0.072	-0.134	0.157	0.228	0.445	-0.238	-0.258	-0.232
Savanyú íz Sour flavor	-0.087	0.014	-0.025	0.056	0.008	0.195	0.091	0.308

Megjegyzés: a félkövér betűkkel szedett értékek szignifikánsak  $\alpha=0,05$  szignifikancia szinten  
Note: Values in bold are significant at an  $\alpha=0.05$  significance level.

Általános ízintenzitás General flavor intensity	Citrusos íz Citrus flavor	Gyümölcsös íz Fruity flavor	Keserű íz Bitter taste	Malátás íz Malt flavor	Élesztős íz Yeast flavor	Édes íz Sweet taste	Savanyú íz Sour taste
-0.198	0.123	0.163	-0.075	-0.010	-0.074	0.072	-0.087
0.135	-0.075	0.067	-0.012	0.025	0.014	-0.134	0.014
0.149	0.382	0.316	-0.154	0.005	-0.224	0.157	-0.025
0.224	0.646	0.461	-0.075	-0.083	-0.168	0.228	0.056
-0.035	0.398	0.647	-0.243	-0.240	-0.357	0.445	0.008
0.157	-0.068	-0.237	0.474	0.322	0.453	-0.238	0.195
0.114	-0.043	-0.218	0.280	0.529	0.411	-0.258	0.091
0.045	-0.002	-0.132	0.274	0.352	0.580	-0.232	0.308
1.000	0.251	0.113	0.317	0.113	0.262	-0.079	0.211
0.251	1.000	0.681	-0.197	-0.133	-0.122	0.308	0.142
0.113	0.681	1.000	-0.329	-0.260	-0.347	0.491	0.113
0.317	-0.197	-0.329	1.000	0.428	0.480	-0.507	0.246
0.113	-0.133	-0.260	0.428	1.000	0.586	-0.442	0.143
0.262	-0.122	-0.347	0.480	0.586	1.000	-0.294	0.341
-0.079	0.308	0.491	-0.507	-0.442	-0.294	1.000	-0.013
0.211	0.142	0.113	0.246	0.143	0.341	-0.013	1.000

Megjegyzés: a félkövér betűkkel szedett értékek szignifikánsak  $\alpha=0,05$  szignifikancia szinten  
Note: Values in bold are significant at an  $\alpha=0.05$  significance level.

A Dreher hidegkomlós sör penalty **táblázata (3. táblázat)** első oszlopában az értékelt tulajdonságok felsorolása látható. A második oszlop a 9 pontból alkotott, összevont „túl gyenge”, „pont jó”, „túl erős”) 3 fő szintet mutatja meg. Az értékelők százalékos aránya a harmadik oszlopban látható. A negyedik oszlopban az első sor példáján az 50,79% által adott pontok átlaga látható, vagyis azon fogyasztók átlagos kedveltség értéke, akik a termék színét túl gyengének ítélték. Az ötödik oszlopban jelenik meg a tulajdonság-végpontok fontossága (Mean Drop érték). Ez azt jelenti, hogy a JAR átlagából kivonjuk a másik két csoport átlagát. A hatodik oszlopban a *t*-póba eredménye látható, amely megadja, hogy a JAR és a másik két végpont közti különbségek statisztikailag igazolhatóak-e. A *t*-próbához kapcsolódó *p*-értéket tüntettem fel, amelyek közül a 95%-os szignifikancia szinten szignifikáns adatpárokat félkövér karakterrel jelöltem.

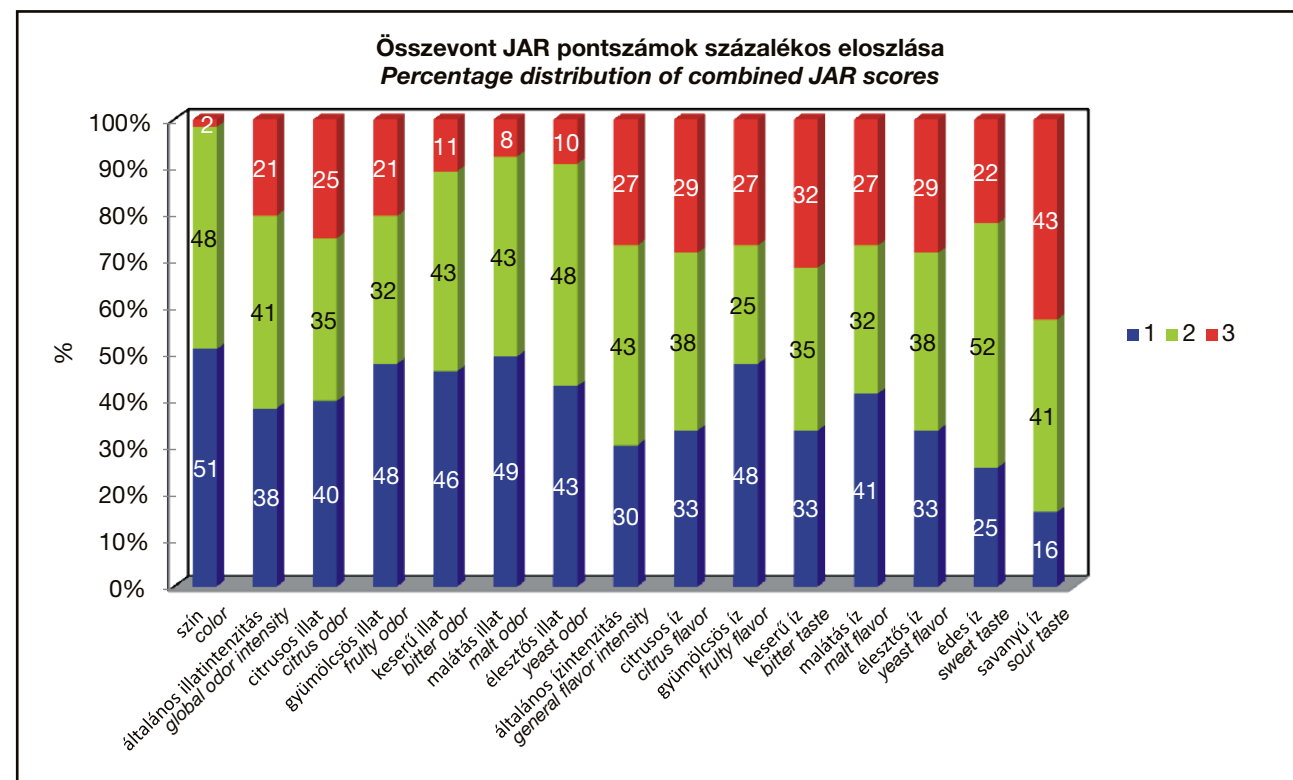
A fontossági értékek és a *t*-próbákat csak azoknál a tulajdonság végpontoknál számítottam ki, amelyeket a fogyasztók több mint 20 %-a bejelölt. A hetedik oszlop az egész tulajdonságra nézve jelzi a büntetést (penalty-t), vagyis azt, hogy maga a tulajdonság nem megfelelése okozott-e kedveltség csökkenést. A nyolcadik oszlop az egész tulajdonságra vonatkozó *t*-próba eredményét mutatja *t*-próbához kapcsolódó *p*-értékekkel, vagyis azt, hogy milyen szinten szignifikáns az eredmény.

A táblázaton látható, hogy a nullhipotézis elvethető az általános illat, gyümölcsös, keserű, élesztős illat, általános, citrusos, gyümölcsös, édes, és savanyú íz

esetében, vagyis a JAR és a többi szint átlagai nem egy populációba tartoznak. A JAR szintek tehát szignifikánsan befolyásolják a kedveltség értékeit. Ebből következően az általános illat, gyümölcsös, keserű, élesztős illat, általános, citrusos, gyümölcsös, és édes íz esetében a túl gyenge szint miatt a fogyasztók a termékekre szignifikánsan alacsonyabb kedveltségi pontszámot adtak. A savanyú íz esetében viszont a túl erős szint miatt adtak szignifikánsan alacsonyabb kedveltségi pontszámokat. Ugyanez nem mondható el a színről, a citrusos, és malátás illatról, a keserű, malátás, és élesztős ízről. Itt a nullhipotézis elfogadjuk, vagyis úgy tekintjük, hogy a szintek nem befolyásolják szignifikánsan a kedveltséget (**3. táblázat**).

A **4. ábra** a Mean Drop értékeket (a tulajdonságok fontosságát) jelzi a tulajdonság két végpontjára tekintve, míg az utána levő ábrán a tulajdonságok összességére tekintve ábrázolja a hozzájuk tartozó büntetéseket (penalty-ke) (**5. ábra**). Mindkét diagram esetén zöld színnel jelöltük azokat a tulajdonságokat, amelyeknél nincs szignifikáns különbség, pirossal azokat, amelyeknél kimutatható ez a különbség, szürkével pedig a program azokat a tulajdonságokat színezte be, amelyek nem érik el a 20%-os határt, így azokra nem is végzi el a *t*-próbát.

A Dreher hidegkomlós sör Mean Drop ábrája alapján a legfontosabb tulajdonságok az általános íz- és illatintenzitás, amelyet túl erőteljesnek, illetve túl gyengének éreztek a bírálók, de az illatintenzitás esetében a túl gyenge érték nem sokkal marad le a túl erőteljestől.



3. ábra. Összevont JAR pontszámok százalékos eloszlása Dreher hidegkomlós sörnél  
(kék=túl alacsony, zöld=pont jó, piros=túl magas)  
Figure 3 Percentage distribution of combined JAR scores for the Dreher cold hop beer  
(blue=too low, green=just about right, red=too high)



3. táblázat. Dreher hidegkomlós sör penalty táblázata  
Table 3 Penalty table of the Dreher cold hop beer

Változó Variable	Szint Level	Gyako- riság (%) Frequency (%)	Szum (OAL) Sum (OAL)	Átlag (OAL) Average (OAL)	Mean drops	Sztend. Kül. Std. diff.	p- érték p value	Szig. Sig.	Büntetés Penalty	st. kül. Std. diff.	p-érték p value	Szig. Sig.
Szín Color	túl gyenge too weak	32 (50.79)	197	6.156	0.477	1.022	0.311	No				
	pont jó just about right	30 (47.62)	199	6.633					0.542	1.158	0.251	No
	túl erős too strong	1 1.59	4	4.000	2.633							
	túl gyenge too weak	24 38.10	134	5.583	1.878	4.882	< 0.0001	Yes				
Általános illat intenzitás General odor intensity	pont jó just about right	26 41.27	194	7.462					1.894	4.598	< 0.0001	Yes
	túl erős too strong	13 20.63	72	5.538	1.923	5.152	< 0.0001	Yes				
	túl gyenge too weak	25 39.68	157	6.280	0.584	1.319	0.391	No				
Citrusos illat Citrus scent	pont jó just about right	22 34.92	151	6.864					0.790	1.627	0.109	No
	túl erős too strong	16 25.40	92	5.750	1.114	2.147	0.089	No				
	túl gyenge too weak	30 47.62	181	6.033	1.117	2.295	0.064	No				
Gyümöl- csös illat Fruity scent	pont jó just about right	20 31.75	143	7.150					1.173	2.417	0.019	Yes
	túl erős too strong	13 20.63	76	5.846	1.304	2.777	0.020	Yes				
	túl gyenge too weak	29 46.03	172	5.931	0.995	2.165	0.034	Yes				
Keserű illat Bitter scent	pont jó just about right	27 42.86	187	6.926					1.009	2.196	0.032	Yes
	túl erős too strong	7 11.11	41	5.857	1.069							
	túl gyenge too weak	31 49.21	189	6.097	0.570	1.243	0.219	No				
Malátás illat Malt scent	pont jó just about right	27 42.86	180	6.667					0.556	1.176	0.244	No
	túl erős too strong	5 7.94	31	6.200	0.467							
	túl gyenge too weak	27 42.86	164	6.074	0.759	1.714	0.092	No				
Élesztős illat Yeast scent	pont jó just about right	30 47.62	205	6.833					0.924	2.017	0.048	Yes
	túl erős too strong	6 9.52	31	5.167	1.667							
	túl gyenge too weak	19 30.16	112	5.895	1.698	5.039	< 0.0001	Yes				
Általános ízintenzitás General flavor intensity	pont jó just about right	27 42.86	205	7.593					2.176	5.655	< 0.0001	Yes
	túl erős too strong	17 26.98	83	4.882	2.710	7.656	< 0.0001	Yes				
	túl gyenge too weak	21 33.33	124	5.905	1.095	2.698	0.024	Yes				

Változó Variable	Szint Level	Gyako- riság (%) Frequency (%)	Szum (OAL) Sum (OAL)	Átlag (OAL) Average (OAL)	Mean drops	Sztend. Kül. Std. diff.	p- érték p value	Szig. Sig.	Büntetés Penalty	st. kül. Std. diff.	p-érték p value	Szig. Sig.
Citrusos íz Citrus flavor	pont jó just about right	24 38.10	168	7.000					1.051	2.250	0.028	Yes
	túl erős too strong	18 28.57	108	6.000	1.000	2.032	0.113	No				
	túl gyenge too weak	30 47.62	181	6.033	1.217	2.654	0.027	Yes				
Gyümöl- csös íz Fruity flavor	pont jó just about right	16 25.40	116	7.250					1.207	2.322	0.024	Yes
	túl erős too strong	17 26.98	103	6.059	1.191	2.519	0.038	Yes				
	túl gyenge too weak	21 33.33	132	6.286	0.487	1.058	0.543	No				
Keserű íz Bitter flavor	pont jó just about right	22 34.92	149	6.773					0.651	1.331	0.188	No
	túl erős too strong	20 31.75	119	5.950	0.823	1.733	0.201	No				
	túl gyenge too weak	26 41.27	161	6.192	0.608	1.268	0.419	No				
Malátás íz Malt flavor	pont jó just about right	20 31.75	136	6.800					0.660	1.320	0.192	No
	túl erős too strong	17 26.98	103	6.059	0.741	1.744	0.198	No				
	túl gyenge too weak	21 33.33	130	6.190	0.643	1.364	0.366	No				
Élesztős íz Yeast flavor	pont jó just about right	24 38.10	164	6.833					0.782	1.641	0.106	No
	túl erős too strong	18 28.57	106	5.889	0.944	2.000	0.121	No				
	túl gyenge too weak	16 25.40	90	5.625	1.375	3.002	0.011	Yes				
édes íz Sweet flavor	pont jó just about right	33 52.38	231	7.000					1.367	3.112	0.003	Yes
	túl erős too strong	14 22.22	79	5.643	1.357	2.853	0.016	Yes				
	túl gyenge too weak	10 15.87	59	5.900	1.177							
savanyú íz Sour flavor	pont jó just about right	26 41.27	184	7.077					1.239	2.739	0.008	Yes
	túl erős too strong	27 42.86	157	5.815	1.262	2.732	0.008	Yes				



A kép illusztráció / Picture is for illustration only  
Fotó/Photo: Pixabay

Az édes íz és a gyümölcsös íz esetében is túl gyengének, valamint túl erőteljesnek érezték a bírálók a tulajdonságokat. A gyümölcsös illatot és a savanyú ízt túl erőteljesnek, a keserű illatot és a citrus illatot a bírálók túl gyengének ítélték.

A Dreher hidegkomlós sör penalty ábrája alapján a bírálók legnagyobb büntetést a nem megfelelő általános ízintenzitás, és általános illatintenzitás miatt adták (5. ábra). Ezen kívül szintén szignifikáns hatást mutatott a kedveltségre a gyümölcsös illat, a keserű illat, az élesztős illat, a citrusos íz, gyümölcsös íz, édes íz és savanyú íz.

### 6. Következtetések

Az eredmények alapján megállapítható, hogy a fogyasztók leginkább a hidegkomlós ízvilágot kedvelték. Ez a sör a friss, citrusos, gyümölcsös, kevésbé keserű érzékszervi jellemzőkkel írható le. A Dreher hidegkomlós sörnél egyik tulajdonság túl alacsony vagy túl magas pontszáma sem befolyásolta szignifikánsan a kedveltséget.

Meglepő eredmény, hogy az egyetemen készült láger, és hidegkomlós láger söröknél alig találhatók különbségek. A bírálók nagy része túl erőteljesnek tartotta az általános íz-, és illatintenzitást mindkét sörnél, illetve a citrusos, és gyümölcsös ízt valamint illatot a legtöbben túl gyengének illetve egyszerre túl erőteljesnek bírálták. A sima és a hidegkomlós íz között tehát nem tudtak különbséget tenni. Ennek oka

az lehet, hogy az egyetemen készült sörnél nem sikerült igazán kihozni a hidegkomlós sörökre jellemző ízvilágot. Arra a kérdésre, hogy miért tartotta a bírálók egyik fele túl erőteljesnek a citrusos és gyümölcsös jelleget, míg a másik fele túl gyengének, feltételezhetően az lehet a válasz, hogy a bírálók egy erőteljes ízt és illatot érezték, aminek forrását nem tudták eldönteni, mivel képzetlen bírálók voltak. Összességében azonban elmondható, hogy ezek a sörök kevesebb komlóval elkészítve, kevésbé erőteljes ízzel kedveltebbek lehettek volna.

A Löwenbrau, Soproni és Staropramen sörök bírálati eredményeinél sok hasonlóság adódott. Általánosan elmondható, hogy a fogyasztók ezeket a söröket jellegtelennek érezték, általános íz- és illatintenzitásukat lepontozták, nem kedvelték. A Staropramen színét túl erőteljesnek, míg a másik kettőt túl gyengének ítélték. Mindhárom sör ízét túl keserűnek bírálták, emiatt kevesebb kedveltségi pontot adtak. A három sör hasonlósága nem várt eredmény, hiszen a Staropramen prémium kategóriás sörnek számít, a másik kettő pedig klasszikus kategória.

Kutatásomban azt tapasztaltam, hogy a penalty analysis megfelelő és jó módszer élelmiszerek termékfejlesztési irányainak meghatározásában. Az eredmények alátámasztották, hogy a fogyasztók a friss, citrusos, kevésbé keserű ízeket kedvelik, valamint a közepes, nem túl erős, ugyanakkor nem túl gyenge színeket kedvelik. A tulajdonságok közül főleg az általános íz-, és illatintenzitás, a keserű íz és a szín be-

folyásolta a kedveltséget. A megkérdezett fogyasztók a prémium kategóriás sört a klasszikus kategóriától nem tudták szignifikánsan megkülönböztetni.

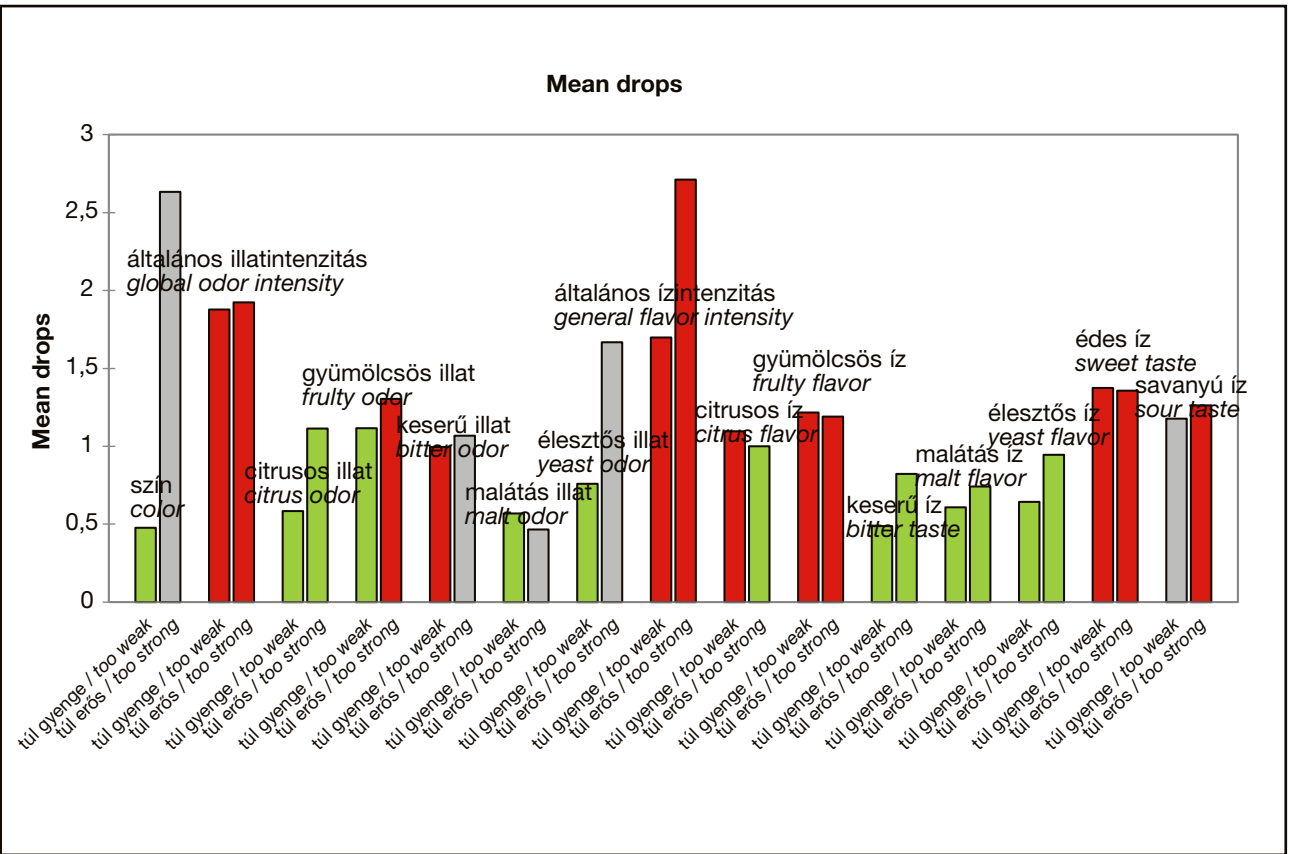
Összefoglalóan a RedJade érzékszervi célszoftver megfelelően támogatja az érzékszervi kísérletek megtervezését, végrehajtását, adatok összegyűjtését. Segítségével automatizáltan és reprodukálható módon megvalósítható volt a sörminták véletlen számmal történő kódolása, a minták rotációja, valamint a tesztelés számítógépes támogatása és az adatgyűjtés. A kísérlettervbe könnyen lehetett beépíteni az optimum skálát (*just about right*, JAR) és az összes kedveltségre vonatkoztatott kérdéseket is. Az innen kinyert adatok elemzését az Excel alapú XL-Stat szoftver hatékonyan támogatta.

### 7. Köszönetnyilvánítás

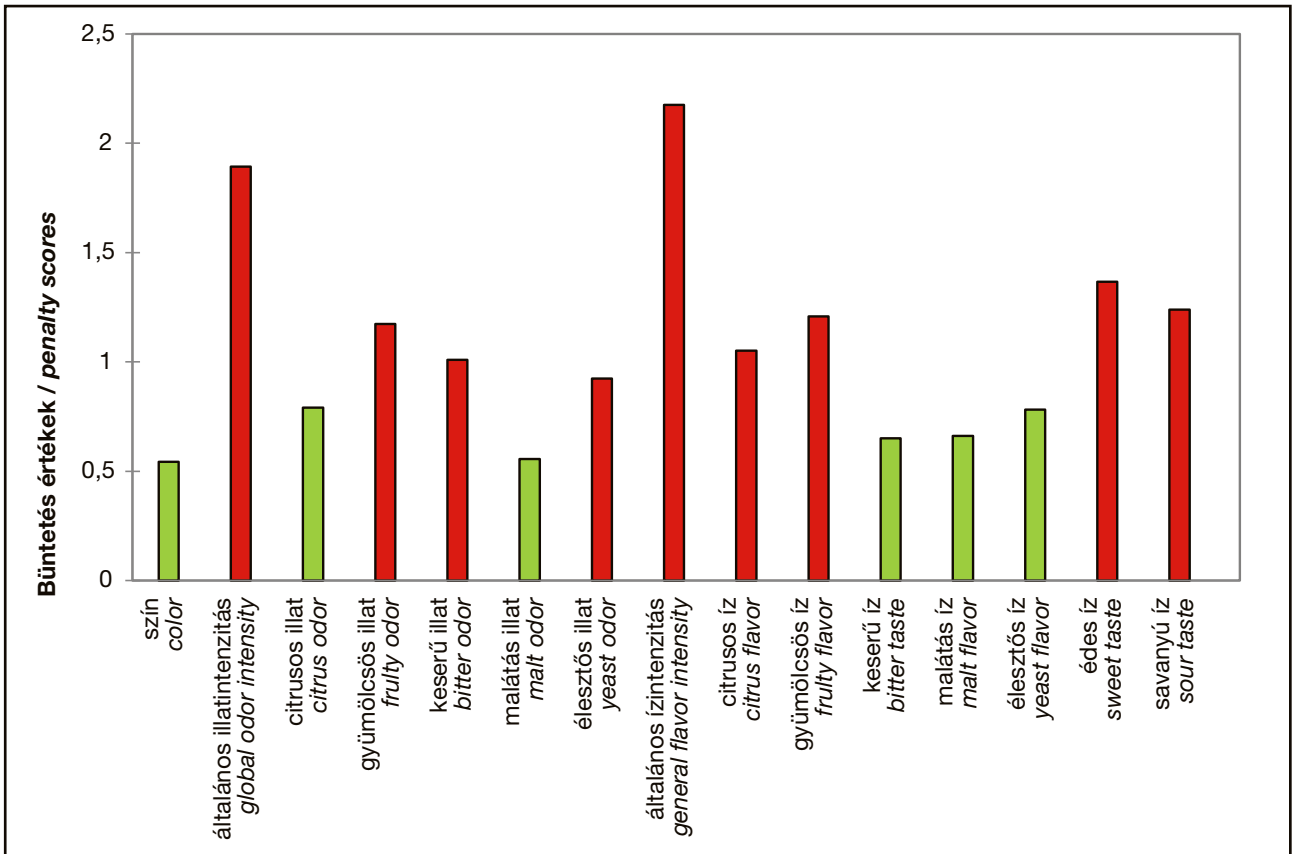
Az érzékszervi kísérletek megtervezésében, végrehajtásában és kiértékelésében, valamint a RedJade célszoftver, valamint az XL-stat szoftver statisztikai értékelésben nyújtott segítséget köszönöm a Szent István Egyetem, Élelmiszertudományi Kar, Árukezelési és Érzékszervi Minősítési Tanszék munkatársainak: Dr. Sipos Lászlónak, Dr. Gere Attilának és Dr. Kókai Zoltánnak. Köszönöm továbbá a két sör elkészítésében nyújtott segítséget Dr. Kun Szilárdnak a Sör- és Szeszipari Tanszék munkatársának.

### 8. Irodalom

- [1] Ernyei, Gy.; Sipos, L. (2006a): Principles of Economics and Management Budapest, BCE Élelmiszertudományi Kar, pp. 174–254.
- [2] KSH, STADAT (1990-2014): A rendelkezésre álló alkoholos italok mennyisége.
- [3] Ernyei, Gy.; Sipos, L.; Bánáti, D. (2006): Élelmiszerbiztonság és élelmiszerbiztonság menedzsment Szeged, Informen Kiadó, pp. 29–37.
- [4] Székely, G.; Sipos, L.; Kiss, O. (2005): Marketing alapismeretek. Budapest, Aula Kiadó, 200 pp. 24–44.
- [5] Janky B.; Králik M.; Sipos L. (2005): A fogyasztás társadalmi beágyazottsága. Budapest, BME Kiadó. pp. 7–69.
- [6] Sipos, L.; Tóth, A. (2005): A fogyasztói döntés közgazdasági megközelítése. Marketing & Menedzsment, 39 (6) pp. 4–12.
- [7] Sipos, L.; Tóth, A. (2006): A közgazdasági értelemben vett irracionális döntések kognitív okai. Marketing & Menedzsment, 40 (1) pp. 22–31.
- [8] Sipos, L.; Kovács, Z.; Sági-Kiss, V.; Csiki, T.; Kókai, Z.; Fekete, A.; Héberger, K. (2012a): Discrimination of Mineral Waters by Electronic Tongue, Sensory Evaluation and Chemical Analysis. Food Chem. 135 (4), pp. 2947–2953.



4. ábra. Dreher hidegkomlós sör Mean Drop ábrája  
Figure 4 Mean Drop chart of Dreher cold hop beer



5. ábra. Dreher hidegkomlós sör penalty ábrája  
Figure 5 Penalty chart of Dreher cold hop beer



- [9] Erneyi, Gy.; Sipos, L. (2006b): Minőségmenedzsment, Quality Management. Budapest, Aula, pp. 23–49.
- [10] Jánkfalvi, O. (2016): Aromakomlózott kisüzemi sörök vizsgálata. Szent István Egyetem, szakdolgozat. pp. 5–18.
- [11] MSZ ISO 6658:2007 Érzékszervi vizsgálat. Módszertan. Általános útmutató.
- [12] Sipos, L. (2009): Ásványvízfogyasztási szokások elemzése és ásványvizek érzékszervi vizsgálata. PhD értekezés. Budapesti Corvinus Egyetem. Döntéstámogató Rendszerek Doktori Iskola. 96–101, 179–184.
- [13] Naes, T.; Brockhoff, P. B.; Tomic, O. (2010): Statistics for sensory and consumer science. Wiley, Chichester. pp. 1–287.
- [14] Sipos, L.; Kovács, Z.; Szöllősi, D.; Kókai, Z.; Dalmadi, I.; Fekete, A. (2011): Comparison of novel sensory panel performance evaluation techniques with e-nose analysis integration. *Journal of Chemometrics*, 25:(5) pp. 275–286.
- [15] Sipos, L.; Gere, A.; Kókai, Z.; Szabó, D. (2012): Application of Artificial Neural Network (ANN) in Praxis of the sensory evaluation: Mesterséges ideghálózatok (ANN) alkalmazása az érzékszervi minősítés gyakorlatában. *Élelmiszervizsgálati Közlemények* 58:(1-2) pp. 32–46.
- [16] Sipos, L.; Gere, A.; Szabó, A.; Kovács, S.; Kókai, Z. (2013): Multivariate Methods For Assessing Sensory Panel Performance. In: Héberger K (szerk.) *Programme and Book of Abstracts of CC 2013 - Conferentia Chemometrica*. Konferencia helye, ideje: Sopron, Magyarország, 2013.09.08–2013.09.11. Budapest: Hungarian Chemical Society, p. 6.
- [17] Gere, A.; Ladányi, M.; Dürschmid, K.; Sipos, L. (2014): Comparison of the computation method of panellist's discrimination ability, applied in MAM-CAP, to other approaches In: Hydling Grethe, Nielsen Jette (szerk.) *Eurosense: A Sense of Life*. Konferencia helye, ideje: Copenhagen, Dánia, 2014.09.07–2014.09.10. Oxford: Elsevier, 2014. p. P136.
- [18] MSZ ISO 11132:2013 Érzékszervi vizsgálatok. Módszertan. Általános irányelvek a leíró vizsgálatot végző bírálóbizottság teljesítményének mérése
- [19] Mahesvaran, D. (1994): Country of Origin as a Stereotype: Effects of Consumer Expertise and Attribute Strenght on Product Evaluations, *The journal of consumer research*, 21, 2 354–365.
- [20] Székely, G.; Sipos, L.; Kiss, O. Zs.; Kocsis, M. (2006a): Basic Marketing Budapest, Aula Kiadó, pp. 64–99.
- [21] Székely, G.; Sipos, L.; Losó, V. (2006b): FMCG marketing. Budapest, Aula Kiadó, 2009. pp. 130–147.
- [22] Kókai, Z.; Sipos, L. (2011): Érzékszervi minősítés. Budapest, Nemzeti Tankönyvkiadó.
- [23] Sipos, L.; Soós, R.; Pádár, K. (2007): Ásványvíz-preferenciák a fiatalok körében. *Marketing és menedzsment*, 41:(3) pp. 39–51.
- [24] Sipos, L. (2008): A conjoint elemzés mint a vásárlói preferenciák vizsgálatának eszköze az élelmiszergazdasági marketingben. *Marketing & Menedzsment*, 42 (3) pp. 4–13.
- [25] Bagdi, A.; Szabó, F.; Gere, A.; Kókai, Z.; Sipos, L.; Tömösközi, S. (2014): Effect of Aleurone-Rich Flour on Composition, Cooking, Textural, and Sensory Properties of Pasta. *LWT - Food Science and Technology*. pp. 996–1002.
- [26] Bagdi, A.; Tóth, B.; Lőrincz, R.; Szendi, S.; Gere, A.; Kókai, Z.; Sipos, L.; Tömösközi, S. (2016): Effect of Aleurone-Rich Flour on Composition, Baking, Textural, and Sensory Properties of Bread. *Lwt-Food Science and Technology*. pp. 762–769.
- [27] Várvolgyi, E.; Gere, A.; Szöllősi, D.; Sipos, L.; Kovács, Z.; Kókai, Z.; Csóka, M.; Mednyánszky, Z.; Fekete, A.; Korány, K. (2014): Application of Sensory Assessment, Electronic Tongue and GC–MS to Characterize Coffee Samples. *Arabian Journal for Science and Engineering*. pp. 125–133.
- [28] Györey, A.; Gere, A.; Kókai, Z.; Molnár, P.; Sipos, L. (2012a): Effect of Sample Presentation Protocols on the Performance of a Margarine Expert Panel. *Acta Alimentaria*. pp. 62–72.
- [29] Györey, A.; Gere, A.; Kókai, Z.; Sipos, L.; Molnár, P. (2012b): Kenőmargarinok Bírálata Kiképzett Szakértői Panel Teljesítményének Mérése. *Élelmiszervizsgálati közlemények - Journal of Food Investigations*. pp. 47–58.
- [30] Szöllősi, D.; Kovács, Z.; Gere, A.; Sipos, L.; Kókai, Z.; Fekete, A. (2012): Sweetener Recognition and Taste Prediction of Coke Drinks by Electronic Tongue. *Sensors Journal, IEEE*. November, pp. 3119–3123.
- [31] Gere, A.; Losó, V.; Györey, A.; Kovács, S.; Huzsvai, L.; Nábrádi, A.; Kókai, Z.; Sipos, L. (2014): Applying Parallel Factor Analysis and Tucker-3 Methods on Sensory and Instrumental Data to Establish Preference Maps: Case Study on Sweet Corn Varieties. *Journal of the Science of Food and Agriculture*. pp. 3213–3225.
- [32] Losó, V.; Gere, A.; Györey, A.; Kókai, Z.; Sipos, L. (2012a): Comparison of the Performance of a Trained and an Untrained Sensory Panel on Sweetcorn Varieties with the Panelcheck Software. *Applied Studies in Agribusiness and Commerce – APSTRACT*. pp. 77–83.
- [33] Kovács, Z.; Dalmadi, I.; Lukács, L.; Sipos, L.; Szántai-Kőhegyi, K.; Kókai, Z.; Fekete, A. (2010): Geographical Origin Identification of Pure Sri Lanka Tea Infusions with Electronic Nose, Electronic Tongue and Sensory Profile Analysis. *J. Chemom.* 24 (3–4), pp. 121–130.
- [34] Kovács, Z.; Sipos, L.; Szöllősi, D.; Kókai, Z.; Székely, G.; Fekete, A. (2011): Electronic Tongue and Sensory Evaluation for Sensing Apple Juice Taste Attributes. *Sens. Lett.* 9 (4), pp. 1273–1281.
- [35] Gere, A.; Kovács, S.; Pásztor-Huszár, K.; Kókai, Z.; Sipos, L. (2014b): Comparison of Preference Mapping Methods: A Case Study on Flavored Kefirs. *Journal of Chemometrics*. pp. 293–300.
- [36] Sipos, L.; Gere, A.; Szöllősi, D.; Kovács, Z.; Kókai, Z.; Fekete, A. (2013): Sensory Evaluation and Electronic Tongue for Sensing Flavored Mineral Water Taste Attributes. *Journal of Food Science*. pp. S1602–S1608.
- [37] Losó, V.; Tóth, A.; Gere, A.; Heszberger, J.; Székely, G.; Kókai, Z.; Sipos, L. (2012b): Methodology Problems of the Industrial Preference Mapping. *Acta Alimentaria*. pp. 109–119.
- [38] Danner, L.; Antoni, N.; Gere, A.; Sipos, L.; Kovács, S.; Dürschmid, K. (2016): Make a Choice! Visual Attention and Choice Behavior in Multialternative Choice Situations, Investigating Different Food Product Groups. *Acta Alimentaria*, 1. pp. 1–5.
- [39] Gere, A.; Danner, L.; Antoni de N.; Kovács, S.; Dürschmid, K.; Sipos, L. (2016): Visual attention accompanying food decision process: an alternative approach to choose the best model. *Food Quality and Preference*, 51. pp. 1–7.
- [40] Kovács, E.; Gere, A.; Székely, D.; Kókai, Z.; Sipos, L. (2016): Szemkamerás Vizsgálatok Egy élelmiszer Fogyasztói Megítélésében. *Élelmiszervizsgálati közlemények – J. Food Investig.* 62 (2) pp. 1048–1061.
- [41] Lawless, H. T.; Heymann, H. (2010): *Sensory Evaluation of Food*, 2st ed. Chapman and Hall, New York, NY. 243–246.
- [42] Gere, A. (2016): *Módszerfejlesztés a preferencia-térképezésben*. PhD értekezés, Szent István Egyetem. 7–47.
- [43] Meilgaard, M.; Civille, G. V.; Carr, B. T. (1999): *Sensory Evaluation Techniques*, New York: CRC Press. pp. 5–387.
- [44] Stone, H.; J. Sidel. (1985): *Sensory Evaluation Practices*. San Diego, CA: Academic Press. 1993. *Sensory Evaluation Practices*, 2nd ed. San Diego, CA: Academic Press, Inc.
- [45] Popper, R.; Gibes, K. (2004). Workshop summary: Data analysis workshop: getting the most out of just-about-right data - Abstracts. *Food Quality and Preference*, 15 (7-8), 891–899.
- [46] Pagès, J.; Berthelo, S.; Brossier, M.; Gourret, D. (2013): Statistical penalty analysis. *Food Quality and Preference*, 32, pp. 16–23.
- [47] Plaehn, D. (2013): What's the real penalty in penalty analysis? *Food Quality and Preference* 28, 456–469.
- [48] Popper R. (2004): Workshop summary: data analysis workshop: getting the most out of just-about right data, Elsevier Science.
- [49] ASTM MNL-63. (2009): ASTM MNL-63 Just-About-Right (JAR) Scales: Design, Usage, Benefits, and Risks.
- [50] Meullenet, J-F.; Xiong, R.; Findlay, C. F. (2007): *Multivariate and Probabilistic Analyses of Sensory Science Problems*. Wiley-Blackwell, New York, NY. pp. 27–47.
- [51] Plaehn, D.; Horne, J. (2011): A Regression-Based Approach for Testing Significance of JAR Variable Penalties. (L. Rothman és M. J. Parker, Szerk.) *Just-About-Right*.
- [52] Gere, A.; Sipos, L.; Héberger, K. (2015): Generalized Pairwise Correlation and method comparison: Impact assessment for JAR attributes on overall liking. *Food Quality and Preference*, 43, pp. 88–96.
- [53] XL-Stat 2012.6.2 manual. (Addinsoft, 28 West 27th Street, Suite 503, New York, NY 10001, USA).
- [54] Penalty analisis in Excel tutoial, 2016. [https://help.xlstat.com/customer/en/portal/articles/2062259-running-a-penalty-analysis-with-xlstat?b\\_id=9283](https://help.xlstat.com/customer/en/portal/articles/2062259-running-a-penalty-analysis-with-xlstat?b_id=9283) (Hozzáférés: 2018.01.16).

Barbara Tompos<sup>1</sup>

Received: November 2016 – Accepted: June 2017

# Determination of the sensory development directions of beers using the method of penalty analysis

**Keywords:** product optimization, consumer preference, optimum scale (JAR), beer.

## 1. Summary

In my research, one of the methods of the determination of sensory product development directions is presented, based on the preference for different beers and the sensory characteristics influencing it. Six different beers were tested, four of which are commercially available (Löwenbrau, Staropramen, cold hop Dreher, Soproni), and two of them are made in breweries (lager, cold hop lager). Beers were rated by 63 college students. 37 of them were women, 26 were men, their age being in the range of 18 to 27 years.

Sensory preference was evaluated by the consumers (naive panelists) on two different scales. First, the evaluation was carried out by characteristics – color, global odor intensity, citrus odour, fruity scent, bitter odour, malt scent, yeast odour, global flavor intensity, citrus flavor, fruity flavor, bitter taste, malt flavor, yeast flavor, sweet taste, sour taste – on a structured optimum scale (just about right, JAR) of 1 to 9 (1=too weak, 5=exactly right, 9=too strong). An important feature of JAR data is that they are bimodal, since not only the deviation from the optimum point, but also the direction of the deviation is important during data processing.

After the evaluation by characteristics, global preference for the products was also provided by testers on a continuously increasing structured scale of 1 to 9 (1=not at all, 2=not very much, 3=moderately not, 4=slightly not, 5=neutral, 6=slightly preferred, 7=moderately preferred, 8=very much preferred, 9=most preferred). The method of penalty analysis has been developed for the combined evaluation of the two scales, and it was carried out by the XL-Stat software. Based on the results of the penalty analysis, it can be determined which sensory properties influence most the global sensory preference for a certain product among consumers, and in what direction it is advisable to change them during product development. Based on the results, judges favored strong, fresh, fruity flavor, and the Dreher cold hop beer was most preferred by far, while the other beers were considered too bitter, unremarkable.

## 2. Introduction and literature overview

The structure, and the demand and supply sides of the Hungarian food market and, at the same time, of the alcoholic beverage market have changed significantly over the past 25 years. The production of alcoholic beverages was one of the dynamically developing sectors of the Hungarian food industry

in the '90s, primarily because of the investments of large multinational companies. The transformation of the demand and supply sides has led to a radical shift of consumer demand towards quality. In addition to changing consumer habits, new product types have also emerged. It is instructive to analyze these changes over a number of years [1].

In terms of quantity, household food consumption is measured by the Hungarian Central Statistical Office (KSH) through regular logging performed in the framework of household statistics, and by the compilation of food balances. Food balances in fact mean the amounts of food (supply) available to the population, typically based on feedstocks. Looking at the supply side of alcoholic beverages, the structural transformation of the alcoholic market is clearly evident. On the supply side, the 105.3 liters of beer in 1990 were continuously reduced to 68 liters in 1999 and, after a slight increase, it was reduced further to 66.7 liters by 2007. Wine production was 27.7 liters in 1990, reaching its peak between 2001 and 2006 with 33 to 34 liters, which was followed by a continuous decline, reaching only 21.8 liters in 2014. The volume of distilled spirits decreased from 8.5 liters (1990) to 6.4 liters (2013). Data from the last year show that, while the volume of wine and distilled spirits increased, the volume of wine decreased (Figure 1).

Along with the changes in volume, a transformation in the Hungarian beer market could also be observed. Through the liberalization of the beer market that started in the 1990s, in addition to typically foreign-owned large-scale plants, small-scale craft breweries were established, mainly after 2000. The expansion of small-scale craft beer market was primarily promoted by the development of domestic gastro-culture, by the „street food” movement, festivals, competitions and beermaster training courses. The advantage of small breweries compared to large-scale ones is that they are able to adapt to new demands and trends in beer consumption more easily. For the beer produced to meet consumer demand as much as possible, it is essential to map out the needs of the given target group, of the consumer segment, regarding the product. Based on this, the appearance of the beer, its ingredients, the technological steps and the sensory parameters can be adapted to consumer demand in a targeted way [3], [4]. At the same time, product selection or the place, time and volume of consumption are strongly socially embedded, it is not possible to apply only the economic approach of supply and demand, since consumer rationality is influenced by several factors [5], [6], [7].

It is recognized by more and more large-scale companies that nowadays it is only possible to produce beer with good organoleptic properties from the highest quality feedstocks, while observing good hygienic practices and adhering to proper technological steps. The main ingredient of beer is water, therefore, the quality of drinking water used in the production is a key factor, which should be analyzed from a microbiological, analytical and sensory point of view as well [8].

Furthermore, in addition to well-established recipes, there is a demand for special beers with a more characteristic taste. Beer consumption habits of the day are increasingly influenced by current trends and new

recipes, and these are mainly affected by hops and its newly bred varieties. To enhance the citrus, pine, fruity, spicy aroma of hops, the technological step of cold hopping has gained acceptance. In this method, hops are not boiled, it is only added to the beer in the final stage of hopping, thus it typically gives finished beer a fresh, floral, fruitier, spicier aroma, which can significantly affect the sensory preference for the products. The use of aroma hops has gained acceptance in the Hungarian beer market with the increasing role of small-scale breweries, however, they are also used in large-scale brewing, in accordance with the practices of integrated quality management and food safety systems (Dréher Cold Hop Lager) [9], [10].

Sensory judges are classified by the literature into three categories according to their qualifications: lay/consumer judges, trained judges and expert judges. Different types of task require the use of judges with different qualifications [11].

Trained and expert judges are subject to special, multi-stage judge selection tests, where the “measurement range” of their sensory organs, their thresholds and accuracy are tested, they acquire knowledge related to the field of sensory science, and also gain experience regarding the products to be tested, the scales and the methods [12]. Several methods have been developed for the testing of the ability of sensory judges to differentiate, of their repeating ability and of their consensus [13], [14], [15], [16], [17], [18].

Consumer tests can be used to understand which products consumers favor or prefer. Several studies have shown that using only preference (hedonic) measurements it is less possible to predict future preference, therefore, when evaluating the reliability of hedonic methods, the changing behavior of people has to be taken into account [19], [20], [21]. The role of consumers (lay judges) in quality management is essential, because the “final control” is exercised by them by buying and consuming the product. Their taste varies widely, it is practically impossible to manufacture products that satisfy the taste of all consumer groups, therefore, it is advisable to optimize the product for the given consumer segment [22], [23], [24].

During food industry product optimization, products are developed according to consumer demand with several aspects in mind. The main aspects are: food safety, nutritional value, sensory characteristics, logistical solutions, etc. From a sensory point of view, several scientific studies have been carried out in the Sensory Analysis Laboratory of Szent István University, including preference tests of aleuron-rich pasta and bread [25], [26], various coffee drinks [27], margarine spreads [28], [29], cola drinks [30], quick-frozen sweetcorn products [31], [32], apple drinks [33], tea drinks [34], flavored kefirs [35] and flavored bottled waters [36]. The essence of the preference method is that a mathematical relationship is established between the preference test carried out

<sup>1</sup> Szent István University, Faculty of Food Science, Department of Postharvest and Sensory Evaluation



by large number of lay (naive) consumers and the sensory test performed by a small group of expert judges for a given product group [37]. Today, new eye tracking methods are known which follow the eye movements of consumers, making product optimization possible [38, [39], [40].

Evaluation of sensory tests is usually based on some kind of scale. During scaling, the degree of sensation induced in the brain by the food examined is indirectly analyzed by the judges. Based on the psychophysical approach, if the strength of the physical stimulus increases, then the increase in the sensation can be modeled mathematically [41]. Naturally, the possibilities of evaluation are fundamentally influenced by the fact whether a nominal, ordinal, interval or ratio scale is used by the judges. For sensory testing, several types of scales have been developed and used: unstructured line scales, structured line scales, category scales, optimum scales, magnitude estimation scales, etc. [42]. Preference tests measure the acceptance of or the preference for a product. In this case, the consumer serves as a measuring instrument, and he or she typically indicates on a scale the value or descriptive term corresponding to their sensation [43], [44]. In preference tests, the structured optimum scale (JAR – Just About Right) is often used, in which judges are asked how the given organoleptic characteristics (e.g., sweetness) of the product are perceived: too strong, too weak, or just about right. In the middle of the scale, there is the „just about right” value, while at the two ends are the two extremes for the given property. This test method was created to help researchers understand why consumers like or dislike a product; and how to guide product development in order to increase consumer acceptance [45].

Due to the bipolar nature of optimum scales (JAR), different evaluation methods have been developed. For analysis based solely on the JAR values, the statistical methods of percentage, average, one sample t-test, correspondence analysis, main component analysis,  $\chi^2$ -test and variance analysis are used [46]. The most common evaluation process is penalty analysis, which takes into account preference values as well [47, [48], [49].

Of course, several other methods have been published in connection with the modification of penalty analysis, and these are listed according to Gere [42]: bootstrapped penalty analysis [50], linear regression [51], multiple linear regression [46], multivariate adaptive smoothing curves [50], canonical variate analysis (CVA) [45] and the generalized pair-correlation method (GPCM) [52].

### 3. Objective

As the topic of my research, the preference for different beers and the parameters influencing it were chosen. In the first step, my goal was to determine the development directions of the organoleptic

characteristics of different beers. In the second step, I aimed to determine the sensory properties whose change has the greatest impact on the global preference for the product. In accordance with these, I intended to reveal which sensory properties influence the popularity of beers the most, and to what extent judges differentiate between the tastes of premium, non-premium and cold hop products.

## 4. Materials and methods

### 4.1. The beers included in the study and beer-making

In the course of our study, six different beers were tested, four of which are commercially available (Löwenbrau, Staropramen, cold hop Dreher, Soproni), while two were produced under pilot-scale conditions, for the Department of Brewing and Distilling of Szent István University (lager, cold hop lager). The raw materials used for making the beers are shown in **Table 1**.

For the preparation of the beers, the appropriate amounts of malt were first measured using the balance, and then they were ground with the malt mill. The wort tank of the brewing apparatus was filled with 40 liters of water, then the ground malt was added. Following this, warm water was allowed to fill the jacket of the wort tank, and the mixture was heated to 52 °C this way. The malt to water ratio was set to 1:3.5 for the first brewing. The first stage is the protein degradation rest at 52 °C. In this step, endo- and exopeptidases begin to work, causing the protein content of the wort to degrade, which contributes to the increase in foam durability.

The protein degradation step lasted 15 minutes. This was followed by the  $\beta$ -amylase stage (62 °C, 45 minutes). In this step, as an effect of  $\beta$ -amylase, glucose units split off from the non-reducing chain ends in twos, until the enzyme reaches bond  $\alpha$ -1,6. The third step is  $\alpha$ -amylase degradation (72 °C, 20 minutes). The enzyme produces  $\alpha$ -limit dextrins are produced. This step was continued until a negative iodine test was obtained. A sample was taken from the mixing tank with the help of a rod, and it was checked with a drop of iodine whether there was any remaining starch in the wort. After this, the wort was transferred to a filter tub. The wort was introduced through a tube at the bottom of the tub, and air was removed from the tube, so that contact between the wort and the oxygen in air was minimized. After twenty minutes of settling, the liquids were removed. The liquids were transferred from the filter tub to the hop boiler. Water was added to the filter tub, and then solids were washed two more times. This process took 50 minutes. After filtration, the dry matter content of the liquids in weight percentage (Balling degree) was determined. The result of the measurement was 17.7 B°.

Hop boiling lasted 60 minutes. Bitter hops (Perle hops) were added to the boiling cauldron in the tenth minute

of boiling. Hops give the bitterness of finished beer. Roughly 10% of the  $\alpha$ -acid content of this type of hops is isomerized by heat, and the bitter taste is the result of this transformation. Aroma hops (citra hops) are added to the beer 5 minutes before the completion of boiling. Aroma hops are responsible not for bitterness, but for the fresh citrus taste, its  $\alpha$ -acid content does not play a role in the development of the bitter taste. By the end of the boiling, the beer had a Balling degree of 12.9. Following this, the beer rested in a whirlpool for 10 minutes, where the remaining smaller sediments could settle. After this, the beer was cooled in a cooling tank to 12 °C. The cooled beer was transferred to a 13-liter fermentation tub, where 50 g of yeast (Brewmasters lager) was added to it.

The second brew was a cold hop lager, which was made at the same time as the simple lager. The malt types used were the same as in the case of the latter, the only difference being that for 40 liters of water only 10 kg of malt was used. The reason for this was that the initial Balling degree for the simple lager was too high. The initial malt to water ratio here was only 1:4, so the initial Balling degree turned out to be only 15.5 B°. The preparation of this beer was identical to the preparation of the simple lager, with the modification that aroma hops were added to the beer at the very end of the boiling. By the end of the hop boiling the beer had a 10.8 B°. After cooling, the beer was pumped into the 13-liter fermentation tank, where the yeast was added and fermentation began. Fermentation lasted two weeks, and then the beer was drained into bottles. Samples were then transferred to the Sensory Analysis Laboratory of Szent István University for sensory testing.

### 4.2 Sensory analysis

Beers were rated by 63 college students (37 women, 26 men; age 18 to 27). Consumers (naive panelists) had no previous sensory training, because the goal was not a descriptive analysis of the products, but the exploration of different product development directions, based on consumer acceptance/preference. Sensory preference was evaluated by the consumers (lay judges) on two different scales. First, the evaluation was carried out by characteristics – color, general odor intensity, citrus odour, fruity scent, bitter odour, malt scent, yeast odour, global flavor intensity, citrus flavor, fruity flavor, bitter taste, malt flavor, yeast flavor, sweet taste, sour taste – on a structured optimum scale (JAR) of 1 to 9 (1=too weak, 5=just-about-right, 9=too strong). An important feature of JAR data is that they are bimodal, since not only the deviation from the optimum point, but also the direction of the deviation is important during data processing. After the evaluation by characteristics, overall liking for the products was also provided by testers on a continuously increasing structured scale of 1 to 9 (1=not at all, 2=not very much, 3=moderately not, 4=slightly not, 5=neutral, 6=slightly preferred, 7=moderately preferred, 8=very much preferred, 9=most preferred).

The design and implementation of the sensory experiment, as well as data collection was carried out by a special, cloud-based RedJade sensory software. With its help, random encoding of the beer samples, sample rotation, and computerized execution and data collection of the sensory testing could be performed. The method of penalty analysis was developed for the simultaneous evaluation of the data collected using the two scales, and it was carried out using the XL-Stat software. Following the questions of sensory testing, a short socio-demographic survey was conducted, regarding the sex, age, consumption frequency, place of residence and net monthly income of the testers.

### 4.2.1 Steps of penalty analysis

Data were evaluated with the XL-Stat software programmed in an Excel environment, using the method of penalty analysis, with the help of the tutorial found on the software's website [53], [54]. First, the information of the structured optimum scales of 1 to 9 (JAR) is aggregated by the XL-Stat program into a scale of 1 to 3 for each characteristic (1-4→1=too weak, 5→2=just about right, 6-9→3=too strong). Then the average preference values for the groups „too weak”, „just about right” and „too strong” are calculated. Penalties are calculated by subtracting the averages of the „too weak” and „too strong” groups from the average preference value of the „just about right group”. The differences obtained are depicted in a so-called „Mean Drop” diagram. In the scatter diagram, differences are plotted against the percentage of consumers in the category. The higher the Mean Drop value and the more consumers perceived the sensory characteristic of the given product too low or too high, the more important the given property (characteristic) is, and it is advisable to adjust it during product development, in order to achieve a higher overall preference for the product among consumers.

On the output side, a large number of tables and charts are generated by program automatically. These are:

1. Descriptive statistics table of the sensory variables examined (number of participants, missing data, minimum, maximum, average, standard deviation values).
2. Spearman's correlation table, showing the correlation between sensory variables. If the correlation proves to be significant ( $\alpha=0.05$ ), then the variables can be investigated. During the evaluation, mainly the overall liking and the correlation of the JAR variables are important. The question is which JAR variable has a significant effect on global popularity, and how big the effect is.
3. Percentage distribution figure of JAR levels, calculated from the frequency of JAR property values (1-9), and its condensation (1-3).

4. The penalty table includes the following:
  - a. JAR dimension names, 3 aggregate levels of JAR data;
  - b. frequencies and percentages of each level;
  - c. overall liking and average liking of each level;
  - d. Mean Drop values for the „too strong” and „too weak” values (these are the differences between the average liking of the JAR levels and the “too strong” and “too weak” levels; this information is important because it shows how many points we lose in liking if a characteristic is „too strong” or „too weak”);
  - e. the  $p$ -values, concerning the results of the  $t$ -test comparing the averages of the other two levels („too strong” or „too weak”) to the average of the JAR level;
  - f. automatic interpretation, depending on the level of significance chosen ( $\alpha=0.05$ );
  - g. weighted differences between the penalty values and the averages (average JAR liking – average liking of the other levels together); (this shows how many points we lose in liking, if the product is not as expected by the consumer);
  - h.  $p$ -values, regarding the comparative test of the JAR level average and the averages of the other levels;
  - i. automatic interpretation, depending on the level of significance chosen (here 5%).
5. Mean Drop chart. Too strong (red +) and too weak (blue -) values of the individual properties are displayed. The x axis shows the percentage number of consumers, while the Mean Drop value on the y axis presents the importance of the attribute.
6. Penalty chart. The y axis shows the penalty score, while JAR variables are found on the x axis. The chart shows which variables were significant for each other, which were not, and which variable was characterized by less than 20% of consumers [54].

## 5. Results

Of the products tested, the Dreher cold hop beer proved to be the most popular, receiving an average liking rating of 6.3. The highest level of consensus among the consumers was also found in the case of this product, since the liking rating had the lowest standard deviation here (1.8). The lowest average liking rating was awarded to the simple beer brewed at the university (4.3), and the cold hop lager beers (4.0). Standard deviation values were also the highest in the case of these beers (2.2-2.4). The liking ratings and standard deviations of the Löwenbrau, Soproni and Staropramen beers were roughly identical (1.9-1.9-2.0) (**Figure 2**).

Interpretation of the results is presented through the example of the Dreher cold hop beer, which received the highest overall liking (OAL) score.

The Spearman correlation table of the Dreher cold hop beer shows the correlation of all variables. From a penalty analysis point of view, the correlations between the overall liking and the other JAR sensory parameters are important. In the interpretation, it should be taken into account that a significant correlation means that the overall liking is less affected by the JAR variable. In an ideal case, correlation is zero (the difference in interpretation comes from the two different scales). Based on the results, there was a significant correlation between several sensory attributes, however, none of the variables affected the liking of the Dreher cold hop beer significantly (**Table 2**).

**Figure 3** shows that, for most attributes, the given color, taste/flavour or odor was perceived by the judges mostly to be too weak (blue color) or just about right (green color). What stands out from the values are too weak color intensity, fruity, bitter and malt odour, fruity flavor and too strong sour taste (red color).

The first column of the penalty table of the Dreher cold hop beer (**Table 3**) shows the list of properties evaluated. The second column shows the 3 aggregate levels (“too weak”, “just about right”, “too strong”) created from the original 9 ones. The percentage of the consumers is shown in the third column. In the fourth column, for example, in the first row, the average score given by 50.79% of the judges is shown, i.e., the average popularity value of the consumers who thought that the color of the product was too weak. The fifth column displays the importance of the property endpoints (Mean Drop values). This means that the average of the other two groups is subtracted from the JAR average. Column six shows the result of the  $t$ -test, indicating whether the differences between the JAR value and the two endpoints are statistically verifiable. The  $p$  values corresponding to the  $t$ -test are displayed, and data pairs significant at the 95% significance level are highlighted in bold.

Importance values were calculated and  $t$ -tests were performed only for the attributes endpoints that were checked by more than 20% of consumers. Column seven indicates the penalty for the entire attributes, i.e., whether the non-conformity of the attribute itself resulted in a decrease in popularity. Column eight shows the result of the  $t$ -test for the entire attribute, with the  $p$  values corresponding to the  $t$ -test, that is, the level at which the result is significant.

The table shows that the null hypothesis can be rejected in the case of the general odor intensity, the fruity, bitter or yeast odour, as well as the global, citrus, fruity, sweet and sour flavor, that is, the averages of the JAR and the other levels belong

to different populations. Thus, liking values are significantly influenced by the JAR levels. It follows that, in the case of the global odor intensity, the fruity, bitter or yeast odour, as well as the general, citrus, fruity flavour and sweet taste, because of the too weak level, significantly lower liking scores were given the the product by the consumers. However, in the case of the sour flavour, significantly lower liking scores were given because of the too string level. The same cannot be said about the color, citrus and malt odour, and the bitter, malt and yeast flavor. Here, the null hypothesis is accepted, meaning that liking is not influenced significantly by the levels (**Table 3**).

**Figure 4** shows the Mean Drop values (the importance of the attributes) for the two endpoints of the attributes, while the figure below shows the penalties for the attributes as a whole (**Figure 5**). In the case of both diagrams, attributes with no significant differences are indicated in green color, attributes with detectable differences are shown in red, while attributes below the 20% limit, for which the  $t$ -test is not performed, are colored gray by the program.

Based on the Mean Drop diagram of the Dreher cold hop beer, the most important attributes are global taste and odor intensities, which were found to be too strong and too weak by the consumers, but in the case of the odor intensity, the too weak value is not much lower than the too strong one. Attributes were also considered by the consumers too weak and too strong in the case of the sweet taste and fruity flavor as well. Fruity scent and sour taste were found to be too strong, and bitter odours and citrus odours too weak by the consumers.

Based on the penalty chart of the Dreher cold hop beer, the greatest penalty was given by the consumers because of the inadequate global flavor intensity and the general odor intensity (**Figure 5**). In addition, fruity scent, bitter odours, yeast odours, citrus flavor, fruity flavor, sweet taste and sour taste also had a significant effect on liking.

## 6. Conclusions

Based on the results, it can be concluded that cold hop flavor was most preferred by consumers. This type of beer can be described with fresh, citrus, fruity, less bitter sensory characteristics. In the case of the Dreher cold hop beer, liking was not significantly affected by either the too low or the too high score of any of the attributes.

Surprisingly, there were hardly any differences between the lager and cold hop lager beers produced at the university. Global flavor and odor intensity were considered too string for both beers by most of the consumers, while citrus and fruity flavor and odour were judged to be too weak and, at the same time, too strong by most. Therefore, they could not differentiate between simple and cold hop flavor. The

reason for this could be that, in the case of the beer produced at the university, the flavor characteristic of cold hop beers could not be developed fully. The answer to the question why some of the consumers considered the citrus and fruity character too strong, while other thought it to be too weak might presumably be that a strong flavor and odour was felt by the consumers and its nature could not be decided by them, because they were untrained judges. Overall, it can be stated that these beers could have been more liking had they been produced with less hops, with a less strong flavor.

There were many similarities in the evaluation results of the Löwenbrau, Soproni and Staropramen beers. It can be stated in general that these beer were felt by consumers to be unremarkable, giving them low general flavor and odor intensity scores, they were not popular. The color of Staropramen was considered to be too strong, while that of the other two beers too weak. The flavor of all three beers was judged to be too bitter, therefore, lower preference scores were awarded to them. The similarity of the three beers is an unexpected result, because Staropramen is considered to be a premium beer, while the other two belong to the classic category.

My research shows that penalty analysis is a good and adequate method for the determination of product development directions of foods. Results have supported the fact that consumers prefer fresh, citrus, less bitter flavors, and consider medium, not too strong, but not too weak colors attractive. Of the properties, liking was influenced mainly by general flavor and odor intensity. Premium beer could not be significantly differentiated from the classic category by the consumers surveyed.

In summary, design and implementation of sensory experiments, as well as data collection is adequately supported by the RedJade sensory target software. With its help, random encoding of the beer samples, sample rotation, computerized support of testing and data collection could be performed in an automated and reproducible fashion. The experimental design could easily incorporate the just about right (JAR) scale and questions regarding overall liking. evaluation of the data extracted was efficiently supported by the Excel-based XL-Stat software.

## 7. Acknowledgement

I would like to thank the staff of Szent István University, Faculty of Food Science, Department of Postharvest Science and Sensory Evaluation: Dr. László Sipos, Dr. Attila Gere and Dr. Zoltán Kókai for their help in the design, implementation and evaluation of the sensory experiments, and also for the help in the statistical evaluation of the RedJade target software and the XL-stat software. I also thank Dr. Szilárd Kun of the Department of Brewing and Distilling for his help in the preparation of the two beers.



## 8. References

- [1] Ernyei, Gy.; Sipos, L. (2006a): Principles of Economics and Management Budapest, BCE Élelmiszertudományi Kar, pp. 174–254.
- [2] KSH, STADAT (1990-2014): A rendelkezésre álló alkoholos italok mennyisége.
- [3] Ernyei, Gy.; Sipos, L.; Bánáti, D. (2006): Élelmiszerbiztonság és élelmiszerbiztonság menedzsment Szeged, Informen Kiadó, pp. 29–37.
- [4] Székely, G.; Sipos, L.; Kiss, O. (2005): Marketing alapismeretek. Budapest, Aula Kiadó, 200 pp. 24–44.
- [5] Janky B.; Králik M.; Sipos L. (2005): A fogyasztás társadalmi beágyazottsága. Budapest, BME Kiadó. pp. 7–69.
- [6] Sipos, L.; Tóth, A. (2005): A fogyasztói döntés közgazdasági megközelítése. Marketing & Menedzsment, 39 (6) pp. 4–12.
- [7] Sipos, L.; Tóth, A. (2006): A közgazdasági értelemben vett irracionális döntések kognitív okai. Marketing & Menedzsment, 40 (1) pp. 22–31.
- [8] Sipos, L.; Kovács, Z.; Sági-Kiss, V.; Csiki, T.; Kókai, Z.; Fekete, A.; Héberger, K. (2012a): Discrimination of Mineral Waters by Electronic Tongue, Sensory Evaluation and Chemical Analysis. Food Chem. 135 (4), pp. 2947–2953.
- [9] Ernyei, Gy.; Sipos, L. (2006b): Minőségmenedzsment, Quality Management. Budapest, Aula, pp. 23–49.
- [10] Jánkfalvi, O. (2016): Aromakomlózott kisüzemi sörök vizsgálata. Szent István Egyetem, szakdolgozat. pp. 5–18.
- [11] MSZ ISO 6658:2007 Érzékszervi vizsgálat. Módszertan. Általános útmutató.
- [12] Sipos, L. (2009): Ásványvízfogyasztási szokások elemzése és ásványvizek érzékszervi vizsgálata. PhD értekezés. Budapesti Corvinus Egyetem. Döntéstámogató Rendszerek Doktoriskola. 96-101, 179-184.
- [13] Naes, T.; Brockhoff, P. B.; Tomic, O. (2010): Statistics for sensory and consumer science. Wiley, Chichester. pp. 1–287.
- [14] Sipos, L.; Kovács, Z.; Szöllősi, D.; Kókai, Z.; Dalmadi, I.; Fekete, A. (2011): Comparison of novel sensory panel performance evaluation techniques with e-nose analysis integration. *Journal of Chemometrics*, 25(5) pp. 275–286.
- [15] Sipos, L.; Gere, A.; Kókai, Z.; Szabó, D. (2012): Application of Artificial Neural Network (ANN) in Praxis of the sensory evaluation: Mesterséges ideghálózatok (ANN) alkalmazása az érzékszervi minősítés gyakorlatában. Élelmiszervizsgálati Közlemények 58:(1-2) pp. 32–46.
- [16] Sipos, L.; Gere, A.; Szabó, A.; Kovács, S.; Kókai, Z. (2013): Multivariate Methods For Assessing Sensory Panel Performance. In: Héberger K (szerk.) Programme and Book of Abstracts of CC 2013 - Conferentia Chemometrica. Konferencia helye, ideje: Sopron, Magyarország, 2013.09.08-2013.09.11. Budapest: Hungarian Chemical Society, p. 6.
- [17] Gere, A.; Ladányi, M.; Dürschmid, K.; Sipos, L. (2014): Comparison of the computation method of panellist's discrimination ability, applied in MAM-CAP, to other approaches In: Hydling Grehte, Nielsen Jette (szerk.) Eurosense: A Sense of Life. Konferencia helye, ideje: Copenhagen, Dánia, 2014.09.07-2014.09.10. Oxford: Elsevier, 2014. p. P136.
- [18] MSZ ISO 11132:2013 Érzékszervi vizsgálatok. Módszertan. Általános irányelvek a leíró vizsgálatot végző bírálóbizottság teljesítményének mérése
- [19] Mahesvaran, D. (1994): Country of Origin as a Stereotype: Effects of Consumer Expertise and Attribute Strenght on Product Evaluations, The journal of consumer research, 21, 2 354–365.
- [20] Székely, G.; Sipos, L.; Kiss, O. Zs.; Kocsis, M. (2006a): Basic Marketing Budapest, Aula Kiadó, pp. 64–99.
- [21] Székely, G.; Sipos, L.; Losó, V. (2006b): FMCG marketing. Budapest, Aula Kiadó, 2009. pp. 130–147.
- [22] Kókai, Z.; Sipos, L. (2011): Érzékszervi minősítés. Budapest, Nemzeti Tankönyvkiadó.
- [23] Sipos, L.; Soós, R.; Pádár, K. (2007): Ásványvíz-preferenciák a fiatalok körében. Marketing és menedzsment, 41:(3) pp. 39–51.
- [24] Sipos, L. (2008): A conjoint elemzés mint a vásárlói preferenciák vizsgálatának eszköze az élelmiszergazdasági marketingben. Marketing & Menedzsment, 42 (3) pp. 4–13.
- [25] Bagdi, A.; Szabó, F.; Gere, A.; Kókai, Z.; Sipos, L.; Tömösközi, S. (2014): Effect of Aleurone-Rich Flour on Composition, Cooking, Textural, and Sensory Properties of Pasta. LWT - Food Science and Technology. pp. 996–1002.
- [26] Bagdi, A.; Tóth, B.; Lőrincz, R.; Szendi, S.; Gere, A.; Kókai, Z.; Sipos, L.; Tömösközi, S. (2016): Effect of Aleurone-Rich Flour on Composition, Baking, Textural, and Sensory Properties of Bread. Lwt-Food Science and Technology. pp. 762–769.
- [27] Várvölgyi, E.; Gere, A.; Szöllősi, D.; Sipos, L.; Kovács, Z.; Kókai, Z.; Csóka, M.; Mednyánszky, Z.; Fekete, A.; Korány, K. (2014): Application of Sensory Assessment, Electronic Tongue and GC-MS to Characterize Coffee Samples. Arabian Journal for Science and Engineering. pp. 125–133.
- [28] Győrey, A.; Gere, A.; Kókai, Z.; Molnár, P.; Sipos, L. (2012a): Effect of Sample Presentation Protocols on the Performance of a Margarine Expert Panel. Acta Alimentaria. pp. 62–72.
- [29] Győrey, A.; Gere, A.; Kókai, Z.; Sipos, L.; Molnár, P. (2012b): Kenőmargarinok Bírálata Kiképzett Szakértői Panel Teljesítményének Mérése. Élelmiszervizsgálati közlemények - Journal of Food Investigations. pp. 47–58.
- [30] Szöllősi, D.; Kovács, Z.; Gere, A.; Sipos, L.; Kókai, Z.; Fekete, A. (2012): Sweetener Recognition and Taste Prediction of Coke Drinks by Electronic Tongue. Sensors Journal, IEEE. November, pp. 3119–3123.
- [31] Gere, A.; Losó, V.; Győrey, A.; Kovács, S.; Huzsvai, L.; Nábrádi, A.; Kókai, Z.; Sipos, L. (2014): Applying Parallel Factor Analysis and Tucker-3 Methods on Sensory and Instrumental Data to Establish Preference Maps: Case Study on Sweet Corn Varieties. Journal of the Science of Food and Agriculture. pp. 3213–3225.
- [32] Losó, V.; Gere, A.; Győrey, A.; Kókai, Z.; Sipos, L. (2012a): Comparison of the Performance of a Trained and an Untrained Sensory Panel on Sweetcorn Varieties with the Panelcheck Software. Applied Studies in Agribusiness and Commerce – APSTRACT. pp. 77–83.
- [33] Kovács, Z.; Dalmadi, I.; Lukács, L.; Sipos, L.; Szántai-Kőhegyi, K.; Kókai, Z.; Fekete, A. (2010): Geographical Origin Identification of Pure Sri Lanka Tea Infusions with Electronic Nose, Electronic Tongue and Sensory Profile Analysis. J. Chemom. 24 (3–4), pp. 121–130.
- [34] Kovács, Z.; Sipos, L.; Szöllősi, D.; Kókai, Z.; Székely, G.; Fekete, A. (2011): Electronic Tongue and Sensory Evaluation for Sensing Apple Juice Taste Attributes. Sens. Lett. 9 (4), pp. 1273–1281.
- [35] Gere, A.; Kovács, S.; Pásztor-Huszár, K.; Kókai, Z.; Sipos, L. (2014b): Comparison of Preference Mapping Methods: A Case Study on Flavored Kefirs. Journal of Chemometrics. pp. 293–300.
- [36] Sipos, L.; Gere, A.; Szöllősi, D.; Kovács, Z.; Kókai, Z.; Fekete, A. (2013): Sensory Evaluation and Electronic Tongue for Sensing Flavored Mineral Water Taste Attributes. Journal of Food Science. pp. S1602–S1608.
- [37] Losó, V.; Tóth, A.; Gere, A.; Heszberger, J.; Székely, G.; Kókai, Z.; Sipos, L. (2012b): Methodology Problems of the Industrial Preference Mapping. Acta Alimentaria. pp. 109–119.
- [38] Danner, L.; Antoni, N.; Gere, A.; Sipos, L.; Kovács, S.; Dürschmid, K. (2016): Make a Choice! Visual Attention and Choice Behavior in Multialternative Choice Situations, Investigating Different Food Product Groups. Acta Alimentaria, 1. pp. 1–5.
- [39] Gere, A.; Danner, L.; Antoni de N.; Kovács, S.; Dürschmid, K.; Sipos, L. (2016): Visual attention accompanying food decision process: an alternative approach to choose the best model. Food Quality and Preference, 51. pp. 1–7.
- [40] Kovács, E.; Gere, A.; Székely, D.; Kókai, Z.; Sipos, L. (2016): Szemkamerás Vizsgálatok Egy élelmiszer Fogyasztói Megítélésében. Élelmiszervizsgálati közlemények – J. Food Investig. 62 (2) pp. 1048–1061.
- [41] Lawless, H. T.; Heymann, H. (2010): Sensory Evaluation of Food, 2st ed. Chapman and Hall, New York, NY. 243–246.
- [42] Gere, A. (2016): Módszerfejlesztés a preferencia-térképezésben. PhD értekezés, Szent István Egyetem. 7–47.
- [43] Meilgaard, M.; Civille, G. V.; Carr, B. T. (1999): Sensory Evaluation Techniques, New York: CRC Press. pp. 5–387.
- [44] Stone, H.; J. Sidel. (1985): Sensory Evaluation Practices. San Diego, CA: Academic Press. 1993. Sensory Evaluation Practices, 2nd ed. San Diego, CA: Academic Press, Inc.
- [45] Popper, R.; Gibes, K. (2004). Workshop summary: Data analysis workshop: getting the most out of just-about-right data - Abstracts. Food Quality and Preference, 15 (7-8), 891–899.
- [46] Pagès, J.; Berthelo, S.; Brossier, M.; Gourret, D. (2013): Statistical penalty analysis. Food Quality and Preference, 32, pp. 16–23.
- [47] Plaehn, D. (2013): What's the real penalty in penalty analysis? Food Quality and Preference 28, 456–469.
- [48] Popper R. (2004): Workshop summary: data analysis workshop: getting the most out of just-about right data, Elsevier Science.
- [49] ASTM MNL-63. (2009): ASTM MNL-63 Just-About-Right (JAR) Scales: Design, Usage, Benefits, and Risks.
- [50] Meullenet, J-F.; Xiong, R.; Findlay, C. F. (2007): Multivariate and Probabilistic Analyses of Sensory Science Problems. Wiley-Blackwell, New York, NY. pp. 27–47.
- [51] Plaehn, D.; Horne, J. (2011): A Regression-Based Approach for Testing Significance of JAR Variable Penalties. (L. Rothman és M. J. Parker, Szerk.) Just-About-Right.
- [52] Gere, A.; Sipos, L.; Héberger, K. (2015): Generalized Pairwise Correlation and method comparison: Impact assessment for JAR attributes on overall liking. Food Quality and Preference, 43, pp. 88–96.
- [53] XL-Stat 2012.6.2 manual. (Addinsoft, 28 West 27th Street, Suite 503, New York, NY 10001, USA).
- [54] Penalty analisys in Excel tutoial, 2016. [https://help.xlstat.com/customer/en/portal/articles/2062259-running-a-penalty-analysis-with-xlstat?b\\_id=9283](https://help.xlstat.com/customer/en/portal/articles/2062259-running-a-penalty-analysis-with-xlstat?b_id=9283) (Aquired: 16.01.2018).





A kép illusztráció / Picture is for illustration only  
Fotó/Photo: Shutterstock

Fekete-Frojimovics Zsófia<sup>1</sup>, Lenkovics Beatrix<sup>1</sup>, Magyar né Horváth Kinga<sup>1</sup>, Jakuschné Kocsis Tímea<sup>2</sup>, Lugasi Andrea<sup>1</sup>

Érkezett: 2017. augusztus – Elfogadva: 2018. március

## Alapíz-felismerő képesség vizsgálata a Budapesti Gazdasági Egyetem vendéglátó és szálloda szakirányos hallgatóinak körében

**Kulcsszavak:** alapízek, ízérzékelés, érzékszervek, preferencia

### 1. Összefoglalás

Az érzékszervi vizsgálatok szerepe az élelmiszeriparban és a gasztronómiában az utóbbi évtizedben jelentős mértékben megnőtt. A minőség és minősítés szabályozása ezen a területen is kiemelten fontos.

Vizsgálatsorozatunkat ismertető dolgozatunkban arra kerestük a választ, hogy a vendéglátó és szálloda szakirányon tanuló egyetemi hallgatók mennyire képesek felismerni a négy alapízt (édes, sós, savanyú, keserű) valamennyi érzékszervük használata során, és hogy e képességüket befolyásolja-e a látás és szaglás kizárása.

A vizsgálat első részében a kóstolók minden érzékszervüket használhatták. Ebben az esetben a hallgatók több mint 75%-a az édes és sós ízt megfelelően felismerte. A savanyú és keserű ízt a hallgatóknak azonban alig 30%-a azonosította jól, sokan keverték, de a hallgatók negyede kísérletet sem tett, hogy azonosítsa az ízt. Az édes, a sós és a savanyú ízérzékelés tekintetében a férfiak és nők között nem volt különbség, de a keserű ízt a férfiak több, mint 40%-a, a nők alig 30%-a azonosította megfelelően. A keserű és savanyú íz ilyen nagy arányban történő téves azonosítását magyarázhatja a jelentős kávé-, tea-, cigarettafogyasztás és a nem megfelelő étkezés [7]. A dohányzaskor a dohányfüstben lévő anyagok nagymértékben ronthatják az ízlelőbimbók működését. A kávé és cigaretta ízérzékelést csökkentő hatásához még hozzáadódhat az energiatartalék és a tea fogyasztása is, és ezek így együtt okozhatják a keserű alapíz nagyarányú téves felismerését.

### 2. Irodalmi áttekintés

Az ízérzékelés (gusztatórikus vagy gusztátoros percepció) kémiai érzőfolyamat, ami csak vízdoldékony vegyületekhez köthető, mivel az adott kémiai anyagnak fel kell oldódnia a nyálban ahhoz, hogy az ingerelje a receptorokat. Az ízérzékelés helye kizárólag a szájüreg, főként a nyelv, valamint a légyszájpad, a torok és a garat. A receptorok az ízlelőszemölcsökben találhatók, amelyek különböző számú ízlelőbimbót tartalmaznak. Egy ízlelőbimbóban mintegy 25-50 receptorsejt található. A receptorsejtek folyamatosan cserélődnek, féléletidejük 10-14 nap [6].

Az ízérzés az ízlelőbimbók stimulálásával kezdődik. Ízérzékenységünket az ízlelőbimbók száma határozza meg. Az ízlelőbimbók száma személyenként eltérő, egészséges egyének esetében akár tizennégyeszeres is lehet a különbség az ízlelőbimbók mennyiségét illetően. Így azok, akik több ízlelőbimbóval rendelkeznek, egy adott íz adott töménységét intenzívebbnek érzik, mint a kevesebb ízlelőbimbóval bíró egyének [19].

Pszichofiziológiai vizsgálatok alapján négy alapízt különböztethetünk meg, de újabban az umamit (a nátrium-glutamát íze) is az alapízek közé sorolják. Az ízérzékelés vizsgálata is e négy alapíz (édes, sós,

<sup>1</sup> Budapesti Gazdasági Egyetem, Kereskedelmi, Vendéglátóipari és Idegenforgalmi Kar, Vendéglátás Tanszék

<sup>2</sup> Budapesti Gazdasági Egyetem, Kereskedelmi, Vendéglátóipari és Idegenforgalmi Kar, Üzleti Elemzés Módszertan Tanszék



savanyú, keserű) felismerését és intenzitásának mérését jelenti, amit a MSZ ISO 3972:2014 szabvány [11] további kettővel, az umamival és a fémes ízekkel egészít ki. Egyes tudományos vizsgálatok már a zsíros ízt is lehetséges alap ízként említik [8].

Az ízlelés és a szaglás között igen szoros kapcsolat van. Ennek példája, amikor egy nátha vagy influenza során a beteg nyálkahártyája megduzzad, és a szaglását nélkülözni kénytelen egyén az ízérezését is elveszítheti. Az ízérezés romolhat bizonyos mérgezéseknél vagy erősen párologó szerves anyagok belélegzését követően is. A szaglás hozzájárul az ízleléshez, mivel az ízlelés és a szaglás kölcsönhatásban van egymással. Befogott orral történő étkezés során a szagok kiiktatása gátolja az ételek felismerését, az étel íze gyengül, vagy teljesen íztelennek tűnik. Amikor a szagok az orrlyukak szabaddá tétele után hozzáadódnak az ízekhez, az ízlelés válik erősebbé. A szagok visszanyerésével a zamatok is visszatérnek [16]. Azt, hogy egy ízt mennyire érzünk intenzívnak, számos tényező befolyásolja, például az adott anyag (étel, ital) hőmérséklete, az ízező személy élettani állapota (pl. éhség, várandósság), a dohányzás, a táplálkozási szokások, de akár még a napszak is [6]. A szaglással azonosan, a nők ízérzékenysége nagyobb, mint a férfiaké [19].

A négy alapíz szaglás nélkül is érzékelhető, de vannak összetettebb ízek, ahol a szaglásnak is szerepe van az ízérezésben. Két emberből ugyanaz az inger más és más reakciót vált ki, ami genetikai különbségekre is visszavezethető, illetve a múltbéli tapasztalatok döntő befolyással lehetnek az ízérezésre. Például a szacharint néhány ember keserűnek érzeli, mások viszont nem, ez a különbség genetikailag meghatározottnak tűnik [1].

Ezt az eredményt támasztja alá egy új-zélandi kutatás is, melyben a résztvevők komplex ízérezését vizsgálták, páros keverékek kóstoltatásával (édes-savanyú, édes-keserű, sós-keserű, sós-savanyú). A kísérlet eredményei többek közt azt mutatták, hogy az ízlelés fokát genetikai körülmények is meghatározhatják. Csaknem mindenkinél kimutatható egy bizonyos koncentráció, amelynél az ízek felismerhetővé válnak, alacsonyabb koncentrációnál azonban az ízek a párosításokból nem válnak egyénileg megállapíthatóvá, még a „szuperízlelők” csoportjában sem. A konkrét ízeket a csoportok csak akkor tudták felismerni, amikor az egyik iz magasabb koncentrációban volt jelen a keverékben, azonban azonos koncentrációnál ezt nem sikerült megtenniük [14]. Az emberek mintegy 25%-a szuperízlelő, négyzetcentiméterenként 167 ízlelőbimbóval, míg normál ízérezők nyelvén mindössze átlagosan 127 papilla található [16].

Az egyének íz- és szagérzékelése közötti különbségek okai lehetnek patológiás elváltozások, például a parosmia (torz szagérzékelés), a diszgeúzia (torz ízérezés), a hipogeúzia (csökkent ízérzés). [13] Ugyancsak meghatározó lehet az íz-averzió, egy ta-

nult folyamat, amely segít abban, hogy a betegséget okozó, vagy mérgező ételeket az egyén elkerülje, vagy a neofóbia, vagyis az új ízeztől való tartózkodás [4].

Bizonyos gyógyszerek mellékhatásaként is előfordulhat ízérezés-csökkenés, ugyanez a helyzet koffein-tartalmú vagy alkoholos italok, energiaital rendszeres fogyasztása esetén. Jacob és munkatársai [7] dohányzó, nem dohányzó és a dohányzást már abbahagyó alanyok keserűíz-érzékelését vizsgálva megállapították, hogy a sós, az édes és a savanyú íz felismerését a dohányzási szokások nem befolyásolták. Ugyanakkor, a legrosszabb keserű ízfelismerési képességet a volt dohányosok körében mutatták ki, ennek okaként a dohányfüstben lévő toxikus anyagok bio-akkumulációját jelölték meg a szerzők.

Az ízérzékenység a hőmérséklettől is függ, így például magasabb hőmérsékleten a keserű ízt nehezebb észrevenni, míg a cukor iránti érzékenység a hőmérséklet emelkedése következtében nő [16].

Goldscheider és Schmidt már 1890-ben végeztek ízérezéssel kapcsolatos kísérleteket. Különböző ízű folyadékok segítségével külön-külön vizsgálták, milyen a nyelv és a garatüreg ízfelfogó-képessége és hogy milyen az adott anyagok hatása. A vizsgálandó folyadékba vékony szálát mártottak, amivel megérintették a nyelv szemölcsseit. Korai megállapításuk szerint a szemölcsök nem egyformán reagálnak az ízekre. Vizsgálódásuk alapján a sós íz a nyelv hátulsó részén, míg a keserű a szélső részén érzékelhető, az édes ízt pedig a kemény és lágy szápadlason azonosították [15]. Korábban úgy vélték – és még ma is sokan így tudják – az alapízek érzékelése elkülöníthető a nyelv egyes területein: elől az édes, oldalt-elől a sós, oldalt-hátul a savanyú és leghátul a keserű íz érzhető. Újabb vizsgálatok szerint azonban szinte minden receptor reagál minden ízanyagra, legfeljebb egyesekre erősebben, míg másokra gyengébben [2].

Henning német kutató szerint az elsődleges ízek az édes, a sós, a savanyú és a keserű. A különböző ízek közötti kapcsolatot iztetraéderben ábrázolta, a négy ízminőséget a tetraéder csúcsain helyezve el. Henning a négy ízminőség egységét akarta hangsúlyozni, elvetette azt az elképzelést, amely szerint bonyolult ízkeverékekben a négy alapíz külön-külön is érzékelni lehet [16].

Kikunae Ikeda japán kutató a XX. század elején felfedezte az ún. „umami” ízt. Egy 1908-as publikációjában az umamit, mint fehérje ízt említette. 1996-ban sikerült bizonyítani, hogy a nyelven umamiérző receptorok is vannak [10].

Az ízlelés segítségével bizonyos keretek között az adott táplálékok minőségi kontrolljára is képesek vagyunk, így meg tudjuk különböztetni az ehető az ehetőtlentől, a veszélytelen ételt a veszélyestől. Az ízingerek az ételek ízminőségének a jelzésére is al-

kalmassak, így pl. a keserű íz a méreganyag jelenlétére utalhat. A legtöbb ember a keserű íz érzékelésére a legérzékenyebb, mert az ízküszöb értéke általában erre az alapízre a legalacsonyabb, vagyis a keserű íz már igen csekély koncentrációban érezhető [3]. Az ízeket legtöbbször minősítjük, ezek lehetnek kellemesek, kellemetlenek. A keserűt általában kellemetlennek ítélik, az édeset pedig kellemesnek. A kellemes (édes) ízű ételeket általában szívesen fogyasztjuk, a kellemetlen (keserű) ízűeket pedig többnyire kerüljük. Léteznek örökölt és tanult preferenciák. Az édes ízre erős, a sósra gyengébb pozitív, a keserű ízre erősebb, míg a savanyúra enyhébb negatív preferenciát öröklünk [5]. Ezek a preferenciák tanulással módosíthatók [4].

A Budapesti Gazdasági Egyetem vendéglátó és szálloda szakos hallgatóinak kötelező tantárgyai között ital- és élelmianyagismeret tantárgy is szerepel, melynek laboratóriumi gyakorlatai során a leendő vendéglátó szakemberek alkoholos és alkoholmentes italok, növényi és állati eredetű élelmianyagok, élvezeti szerek, úgy, mint tea, kávé, kakaó, stb. laboratóriumi vizsgálataiba kaphatnak betekintést. A hallgatók az említett élelmiszerek minőségét, emberi táplálkozásra alkalmas állapotát, esetenként összetéti jellemzőit és az élvezeti értékét kifejező érzékszervi tulajdonságokat tanulmányozzák. Mivel a főzés és a gasztronómia világában az ízek érzékelése, az ízkülönbségek megítélésének képessége elengedhetetlen, kutatásainkban arra kerestük a választ, hogy hogyan jellemezhető leendő vendéglátóipari szakemberek ízfelismerőképessége, ízérezése és mely tényezők (például a nem, bizonyos élelmiszerek fogyasztási szokásai, más érzékszervek használata vagy a színek) befolyásolhatják ezen vendéglátói gyakorlat szempontjából lényeges képességeket.



A kép illusztráció / Picture is for illustration only  
Fotó/Photo: Shutterstock

Jelen közleményünkben a hallgatók alapíz-felismerő képességére és ízküszöbértékére vonatkozó eredményeinket közöljük.

### 3. Anyag és módszer

Az alapíz-felismerő képesség szabvány szerinti vizsgálatát az MSZ ISO 8587:2014 szerint [12] rangsorolás módszer segítségével végeztük el, hallgatók bevonásával. A vizsgálatok kivitelezéséhez a négy alapíznek (édes, sós, savanyú, keserű) megfelelően törzsoldatokat készítettünk. Az édes íz kialakításához szacharózt, a sóshoz 98,3 %-os tisztaságú, jódozott vákuum sót (nátrium-kloridot), a savanyúhoz citromsavat, a keserűhöz koffeint használtunk, desztillált vízben feloldva. A törzsoldatok, valamint az azokból előállított hígítások mindegyike átlátszó, színtelen volt, így a folyadék színe az ízfelismerést nem befolyásolta. Az törzsoldatok koncentrációi a következők voltak: szacharóz - 0,15 w/v%, nátrium-klorid - 0,02 w/v%, citromsav - 0,0050 w/v%; koffein - 0,0036 w/v%. A hígítási sorokat az egyes törzsoldatokból az 1. táblázat alapján készítettük el, ahol a törzsoldat megadott térfogatát desztillált vízzel 250 ml-re töltöttük fel.

A BGE vendéglátó és szálloda szakirányos hallgatók bevonásával korábban végzett ízküszöbérték vizsgálatainkból kiderült, hogy a 6-os és 7-es hígításnál ismerték fel biztonsággal az ízeket [9]. Ezért jelen vizsgálatunkban a 9. hígítási sort választottuk ki, ahol az alapízeket adó vegyületek koncentrációja a következő volt: szacharóz 0,55 w/v%, nátrium-klorid 0,18 w/v%, citromsav 0,025 w/v%, koffein 0,01 w/v%. Így bizonyosak lehettünk abban, hogy a vizsgálatban résztvevők jól érzik és képesek az alapízeket azonosítani. A törzsoldatokat és a hígításokat minden



vizsgálati napon frissen készítettük el, felhasználásig feliratozott, csiszolt dugós lombikokban, a szennyeződés megelőzése érdekében elzárva tartottuk.

A hallgatók mindegyike külön-külön négy, teljesen azonos méretű és formájú, 3 számjegyű, véletlenszerűen kiválasztott kóddal jelzett, áttetsző pohárban kapta meg a négy különböző ízű oldatot. A mintákkal együtt egy tesztlapot is rendelkezésükre bocsátottunk, amelyen a négy minta háromjegyű kódszáma és mindegyik mellett öt választási lehetőség (édes, sós, keserű, savanyú, nem tudom) volt feltüntetve. A hallgatóknak a négy pohárban lévő folyadék kóstolása után ezen a tesztlapon kellett megjelölniük az adott számkódhoz kapcsolódó alapízt, esetleg azt, hogy nem tudják az ízt beazonosítani.

A vizsgálatot a hallgatók három különböző helyzetben végezték el: először valamennyi érzékszervüket használhatták az ízfelismerés közben, a következő kóstolás során szemüket csukva kellett tartaniuk, majd a harmadik ízlelés alatt csukott szemmel és befogott orral kellett a poharakban lévő négy oldat ízét beazonosítani. A három kóstolás között a hallgatók ízközömbösítő anyagot (kenyér, kifli) fogyaszthattak. A kísérletben ügyeltünk arra, hogy az egymás utáni kóstolások ne zavarják meg az ízérzékelésüket.

Az alapíz-felismerő képesség vizsgálata előtt a hallgatókkal egy fogyasztási gyakoriságot mérő kérdőívet is kitöltöttünk, amelyben arra kerestük a választ, hogy milyen rendszerességgel fogyasztanak olyan ételeket, élelmiszereket, melyek a szakirodalom szerint torzíthatják az alapízek érzékelését. Az alapízek felismerését feltételezhetően befolyásoló termékek a kávé, tea (*Camellia sinensis*), kólafélék, energiaital, csokoládé, alkoholos ital és a mesterséges édesítőszer [18].



A kép illusztráció / Picture is for illustration only  
Fotó/Photo: Shutterstock

Vizsgálatunkban 128 fő vett részt, ebből 123 értékelhetően kitöltött tesztlapot elemeztünk. A résztvevők életkora 20 és 23 év között volt, nemek szerinti megoszlása 47 nő, 75 férfi és 1 nemét nem jelölő, így őt a nemekre bontott válaszok vizsgálata során kihagytuk az eredmények értékeléséből. Eredményeinket matematikai-statisztikai módszerekkel elemeztük, szignifikancia-szintet és ahol arra lehetőség volt, Cramer-mutatót számoltunk.

#### 4. Eredmények

##### 4.1. Alapíz-felismerő képesség

A hallgatók (123 fő) 83,7%-a a 0,55 w/v% koncentrációjú oldat édes ízét nagy biztonsággal felismerte, 8,9% keserűnek, 3,3% savanyúnak, 1,6% pedig sós-nak érezte azt. 2,4% nem tudta azonosítani. A sós ízt (0,18 w/v%), 93 fő (75,6%) ismerte fel, 15,4% keserűnek, 5,7% savanyúnak, 0,8% édesnek érezte, 2,4% nem tudta megfelelően azonosítani (1. ábra).

A savanyú (0,025 w/v%) és keserű (0,01 w/v%) ízt keverték és nem tudták megfelelően azonosítani a hallgatók (2. táblázat). A hallgatók negyede kísérletet sem tett az ízek azonosítására. Mind a két íz esetében 35%-a (43 fő) ismerte fel megfelelően az adott ízt. A savanyú ízt a válaszadók 28,5%-a (35 fő) keserűnek érezte, a keserű ízt közel ugyanilyen arányban (22,8%, 28 fő) savanyúnak vélték.

A nemek között nem fedezhetők fel jelentős különbségek (2. ábra). A sós (férfiak: 82,6%; nők: 76%), az édes (férfiak: 82,6%; nők: 84%) és a savanyú ízt (férfiak: 32,6%; nők: 36%) csaknem azonos arányban ismerték fel a férfiak és a nők, jelentősebb eltérés a keserű íz esetében látható, a férfiak javára (42,5% vs. 32,0%).

Összességében elmondható, hogy a hallgatók teljesen kialakult édes és sós ízfelismerő-képességgel rendelkeznek, de a savanyú és keserű ízt nem, vagy csak nehezen ismerik fel.

##### 4.2. Alapíz-felismerő képesség alakulása szem használata nélkül

A vizgálatsorozat következő részében a hallgatók a szemüket nem használhatták az alapízek kóstolásakor. A hallgatók az édes ízt nagy biztonsággal felismerték (86,2%), a sós ízt csak 66,6% azonosította megfelelően (3. ábra). A keserű ízt 39,8%, míg a savanyút 30,9% ismerte fel, de ebben az esetben is igen sokan keverték ezt a két alapízt (3. táblázat). Az összes érzékszerv használatakor tapasztaltakhoz képest csökkent azon hallgatók aránya, akik meg sem próbálták a savanyú és a keserű íz azonosítását (18,7%, ill. 9,8%).

A szem használata nélkül végzett ízleléskor a sós ízt a férfiak 82,6%-a, az édeset 89,1%-a, a savanyút 34,8%-a, míg a keserű ízt 47,8%-a ismerte fel helyesen (4. ábra). A nők ehhez képest jelentősen kisebb arányban tudták azonosítani a sós (58,3%) és a keserű íz (35,1%), míg az édeset (86,3%) és a savanyút (32,4%) közel azonos arányban ismerték fel, mint a férfiak (4. ábra).

##### 4.3 Alapíz-felismerő képesség alakulása szem és orr használata nélkül

A vizgálatsorozat következő részében két érzékszerv használatát kerülték a kóstolók, a szemet és az orrot.

Az összes kóstoló eredményeit figyelembe véve, a sós ízt 76,4%, az édeset 89,4%, a savanyút 37,4%, a keserűt 34,1% azonosította helyesen (5. ábra). A két érzékszerv hiánya esetén is – hasonlóan az előzőekben tapasztaltakhoz – a hallgatók nagy hányada keverte a két utóbbi ízt (4. táblázat). A savanyút 37,1% keserűnek, a keserűt 32,5% savanyúnak vélte. A két ízt egyáltalán nem érző hallgatók aránya nagyobb volt a két érzékszerv hiányában, mint amikor csak a szemüket nem használhatták.

Nemekre lebontva az adatokat az figyelhető meg, hogy a férfiak ízfelismerő képessége a sós, a savanyú és a keserű íz esetén jobb volt, mint a nőké, míg az édeset a nők nagyobb arányban ismerték fel szem és orr használata nélkül, mint a férfiak (6. ábra).

##### 4.4. Alapíz-felismerő képesség változása a különböző érzékszervek használatának függvényében

Az összes hallgató válaszait figyelembe véve az alapíz-felismerő képesség változását a látás, majd a látás és a szaglás kizárásának hatására a 7. ábra mutatja. Az ábráról világosan leolvasható, hogy mindhárom esetben az édes és sós ízt ismerték fel legnagyobb biztonsággal a hallgatók, míg a savanyú és a

keserű íz azonosítása a hallgatók döntő hányadánál nehézségekbe ütközött.

A sós íz felismerésére kevesebb hallgató volt képes szem nélkül, mint annak használatával, míg, ha a szaglás képessége is kiiktatózott, ugyanannyi hallgató ismerte fel az ízt, mint valamennyi érzékszerv használata mellett. Az édes íz azonosítására a hallgatók döntő többsége képes volt.

A savanyú ízt a hallgatók alig több mint egyharmada volt képes felismerni, arányuk kis mértékben csökkent a szem, ill. a szem és az orr együttes kiiktatásának hatására. A keserű ízt a hallgatók 35%-a volt képes azonosítani valamennyi érzékszervük használata során, a szem kiiktatásával ez az arány kis mértékben változott, 32,6%-ra csökkent. Látás és szaglás hiányában ugyanannyi hallgató érezte ezt az ízt, mint valamennyi érzékszerve használatakor.

#### 5. Következtetések

Vizsgálatainkban az irodalmi adatokkal és a feltételezésekkel ellentétes eredményekre jutottunk. A keserű és a savanyú íz esetében megvizsgáltuk, hogy kávé, energiaitalt fogyasztók és nem fogyasztók, valamint a dohányzók és nem dohányzók körében miként alakult a két alapíz felismerése. Az ízfelismerő képességet módosító élelmiszerek, élvezeti cikkek fogyasztásának adataiba minden esetben az alkalmanként, havonta, hetente, többször, naponta és naponta többszöri fogyasztási gyakoriságokat egyaránt figyelembe vettük. A fogyasztók és nem fogyasztók aránya a következő volt: kávé - 89,4:10,6; energiaital - 59:41; dohányzás - 56,6:43,4.

Az egyéb vizsgált élvezeti szereket (tea, kólafélék, csokoládé, édesítőszer, alkohol) nem fogyasztók aránya jelen vizsgálatban olyan csekély volt, hogy hatásukat elemzéseink során elhanyagolhatónak tekintettük.

A keserű íz felismerésének mértékét vizsgálva az adott élvezeti szert (kávé, energiaital, cigaretta) fogyasztó (alkalmazó) és nem fogyasztó (nem alkalmazó) hallgatók körében, arra a megállapításra jutottunk, hogy a kávé fogyasztó hallgatók kisebb hányada, míg az energiaital-fogyasztók és a dohányzók nagyobb hányada ismerte fel helyesen a keserű ízt (10. ábra). A savanyú íz esetében a kávéfogyasztók és a dohányosok nagyobb arányban, az energiaitalt fogyasztók kisebb arányban ismerték fel az alapízt (11. ábra). A kávé kisebb-nagyobb gyakorisággal fogyasztók 36%-a, a nem fogyasztóknak azonban csak a 23,1%-a tudta azonosítani a savanyú ízt. Sajnos, arra vonatkozóan nem gyűjtöttünk adatokat, hogy a vizsgálat előtt mennyi idővel korábban fogyasztottak kávé az alanyok. Eredményeink azt mutatják, hogy bizonyos élvezeti szerek fogyasztása esetén az ízérzékelési képesség megváltozhat, de nem szükségszerűen gyengül, hanem bizonyos esetekben akár erősödhet is [17].



Második vizsgálatunkban a kísérletbe vont hallgatók nem használhatták a szemüket. Ekkor a férfiak íz-felismerő képessége mind a négy alapíz esetén erősödött. A nők az édes és keserű ízt nagyobb, a sós és savanyú ízt kisebb arányban ismerték fel.

Az ízérzékelési képesség javulását az ízlelés körülményeinek változása magyarázhatja. A vizsgálatokat a hallgatók a normál tanórákon 15-15 fős csoportokban végezték, e körülmények között a külső ingerek, például a társak, az oktató és a technikus jelenléte elterelhették a figyelmüket. A látás kizárásakor a vizuális ingerek megszűntek, és így a hallgatók figyelmüket jobban tudhatták a kísérleti feladatra összpontosítani. Ez a feltételezésünk azonban csak a férfi hallgatók esetében magyarázza az ízérzékelés javulását, a nőknél az érékelési képesség változatlan maradt.

A hallgatók a legnagyobb arányban a keserű ízt savanyúként azonosították, különösen azokban az esetekben, amikor csak az ízlelésükre hagyatkoztak. A kapcsolat szorosságát mérő Cramer-mutató gyenge erősségű sztochasztikus kapcsolatra utal (0,25).

A harmadik vizsgálatban a hallgatók a szemükön kívül az orrukat sem használhatták, ekkor a nők és a férfiak esetében egyaránt úgy alakult az alapízek felismerése, mint a második vizsgálat sorozat esetében. A jelenség lehetséges magyarázata az, hogy az ízek érzékelését a szaglás abban az esetben képes befolyásolni, ha az ételnek/italnak illata van, azaz ha a vizsgálat hőmérsékletén abból illékony vegyületek jutnak ki a légtérbe és onnan a szaglóhámra. A kelle-

mes vagy kellemetlen érzést az orrban az agy párosítja egy azokhoz rendelhető érzelemmel, emlékkel, vagy veszély-jelzéssel, és így ad választ a testnek, hogy elfogyaszthatja-e az adott étel/italt vagy sem. Tekintettel arra, hogy vizsgálatunk során az alapízeket adó – egyébként sem illékony - vegyületek szobahőmérsékletű vízben voltak feloldva és a poharak hőmérséklete sem tért el ettől, az oldatoknak nem, vagy alig érezhető illatuk volt, a szaglás igen kevésbé vett részt az ízérzékelésben, ezért nem is változott említésre méltóan a helyes válaszok száma sem.

Jelen dolgozatunkban az ízekkel, ízleléssel kapcsolatos vizsgálat sorozatunk első eredményeit mutattuk be. Fontosnak tartjuk azonban további vizsgálatok elvégzését az ízérzékelést befolyásoló tényezők területén. Úgy a vendéglátásban, mint az otthoni háztartások gyakorlatában, célszerű tisztában lenni azzal, hogy melyek azok a hatások, szagok, ízek, amelyekből a vendég vagy akár a család tagjai mást érezhetnek egy ebéd elfogyasztása során, mint amelyet maga az étel készítője érez. Éppen ezért további vizsgálatokat folytatunk a színek, mint ízérzékelést befolyásoló tényezők körében. Ezen vizsgálat sorozatunk eredményeit következő cikkünkben foglaljuk össze.

Jelen tanulmány az „Ízküszöb-torzulás vizsgálata a BGE hallgatóinak körében” című kutatás részeredményeit mutatja be, a kutatást a Budapesti Gazdasági Egyetem 2016. évi Kiválósági Támogatása finanszírozta.



A kép illusztráció / Picture is for illustration only  
Fotó/Photo: Shutterstock

1. táblázat: Koncentrációsorozat az ízküszöbérték meghatározásához (saját szerkesztés)  
Table 1 Dilution series for taste threshold value determinations

Hígítás Dilution	Édes (szacharóz) Sweet (sucrose)		Sós (NaCl) Salty (NaCl)		Savanyú (citromsav) Sour (citric acid)		Keserű (koffein) Bitter (caffeine)	
	törzsoldat stock solution cm <sup>3</sup>	koncentráció concent- ration %	törzsoldat stock solution cm <sup>3</sup>	koncentráció concent- ration %	törzsoldat stock solution cm <sup>3</sup>	koncentráció concent- ration %	törzsoldat stock solution cm <sup>3</sup>	koncentráció concent- ration %
1.	7.5	0.15	5	0.02	2.50	0.0050	9	0.0036
2.	10.0	0.20	10	0.04	3.75	0.0075	11	0.0044
3.	12.5	0.25	15	0.06	5.00	0.0100	13	0.0052
4.	15.0	0.30	20	0.08	6.25	0.0125	15	0.0060
5.	17.5	0.35	25	0.10	7.50	0.0150	17	0.0068
6.	20.0	0.40	30	0.12	8.75	0.0175	19	0.0076
7.	22.5	0.45	35	0.14	10.00	0.0200	21	0.0084
8.	25.0	0.50	40	0.16	11.25	0.0225	23	0.0092
9.	27.5	0.55	45	0.18	12.50	0.0250	25	0.0100
10.	30.0	0.60	50	0.20	13.75	0.0275	27	0.0108
11.	32.5	0.65	55	0.22	15.00	0.0300	29	0.0116
12.	35.0	0.70	60	0.24	16.25	0.0325	31	0.0124

2. táblázat A keserű és savanyú íz felismerésének megoszlása az összes kóstoló (123 fő) esetén  
Table 2 Distribution of the recognition of the bitter and sour taste for all tasters (123 persons)

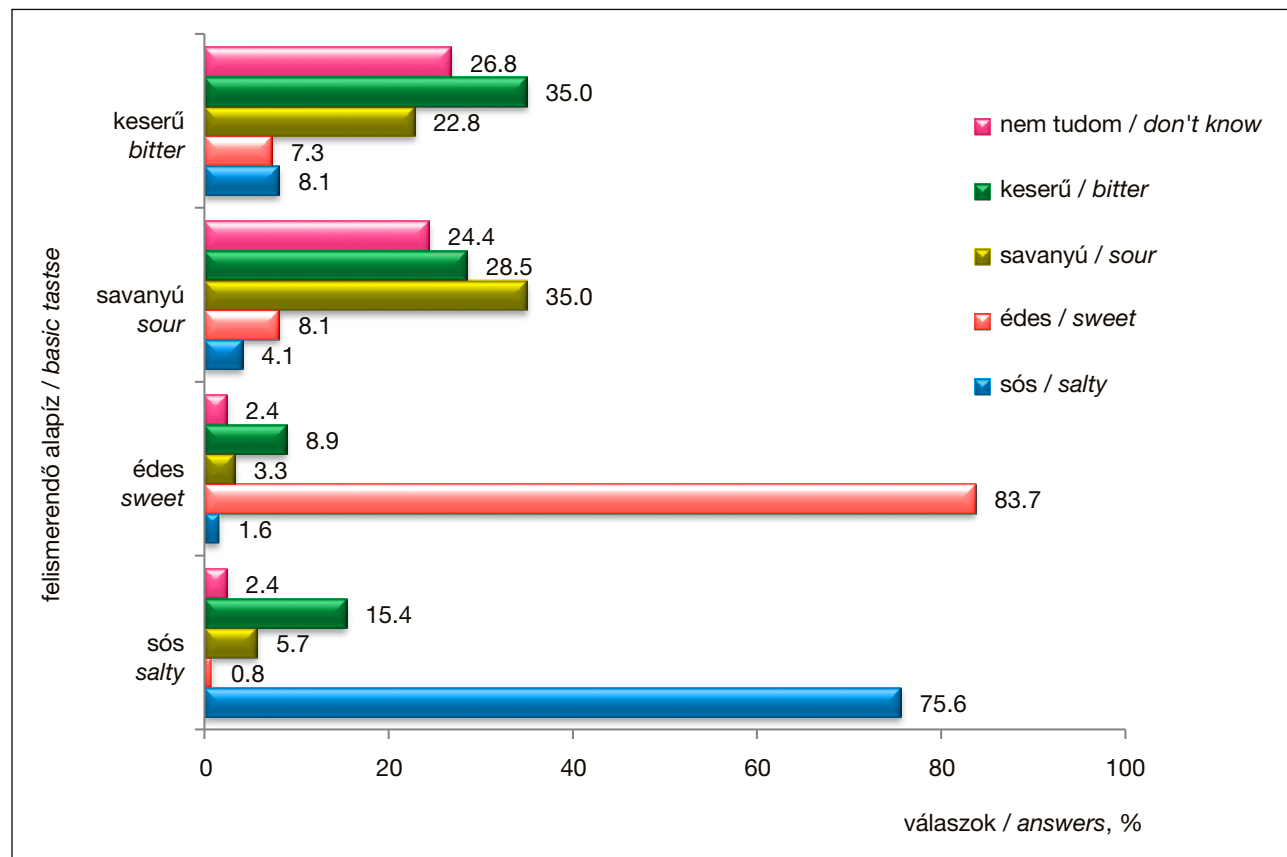
Kóstolt alapíz Actual basic taste	Az íz felismerése (%) Recognized taste (%)		
	keserű / bitter	savanyú / sour	nem tudom / don't know
savanyú / sour	28.5	35.0	24.4
keserű / bitter	35.0	22.8	26.8

3. táblázat A keserű és savanyú íz felismerésének megoszlása az összes kóstoló (123 fő) esetén, szem használata nélkül  
Table 3 Distribution of the recognition of the bitter and sour taste for all tasters (123 persons), without the use of the eyes

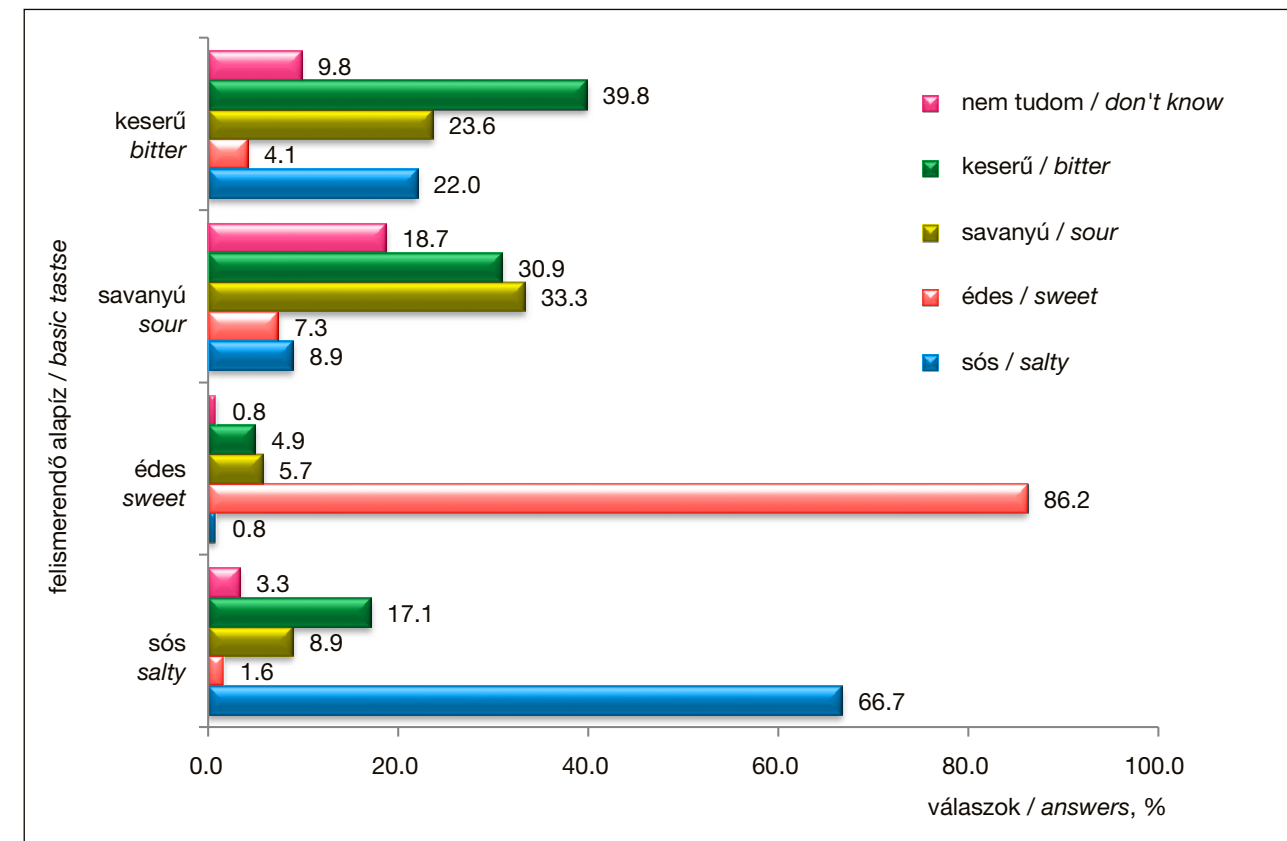
Kóstolt alapíz Actual basic taste	Az íz felismerése (%) Recognized taste (%)		
	keserű / bitter	savanyú / sour	nem tudom / don't know
savanyú / sour	30.9	33.3	18.7
keserű / bitter	39.8	23.6	9.8

4. táblázat A keserű és savanyú íz felismerésének megoszlása az összes kóstoló (123 fő) esetén, szem és orr használata nélkül  
Table 4 Distribution of the recognition of the bitter and sour taste for all tasters (123 persons), without the use of the eyes and the nose

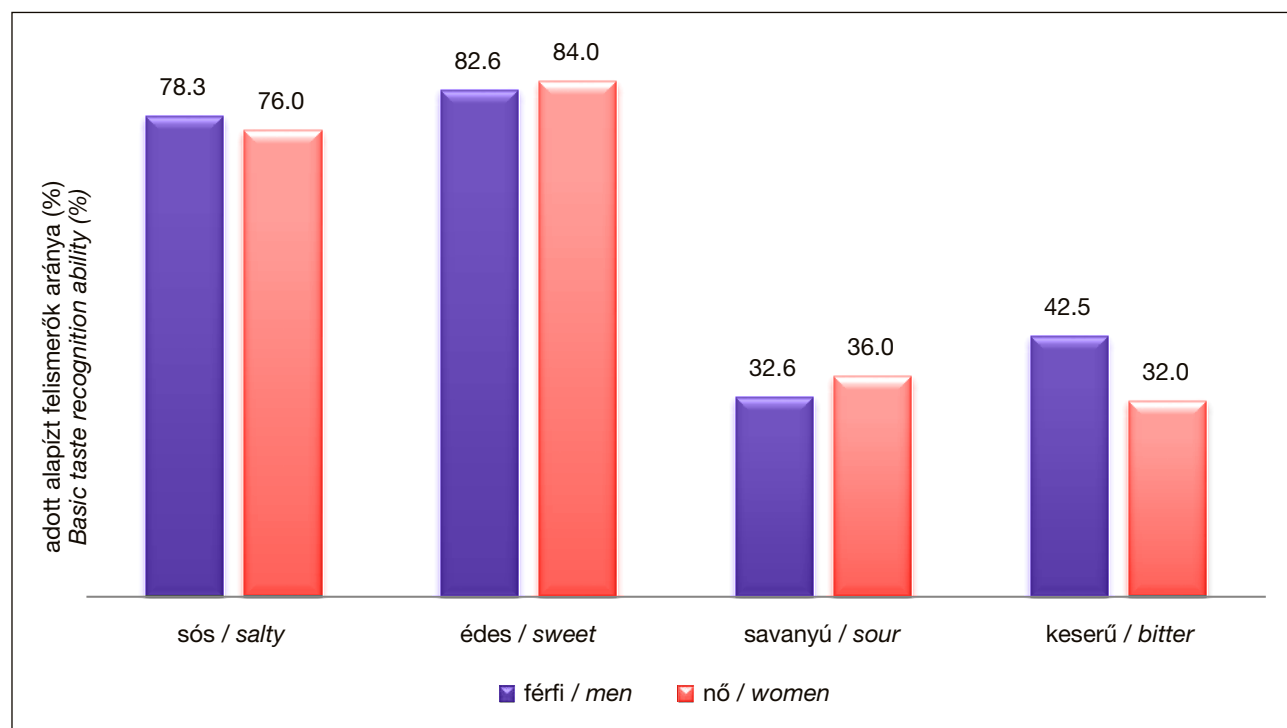
Kóstolt alapíz Actual basic taste	Az íz felismerése (%) Recognized taste (%)		
	keserű / bitter	savanyú / sour	nem tudom / don't know
savanyú / sour	37.1	30.1	23.6
keserű / bitter	34.1	32.5	20.3



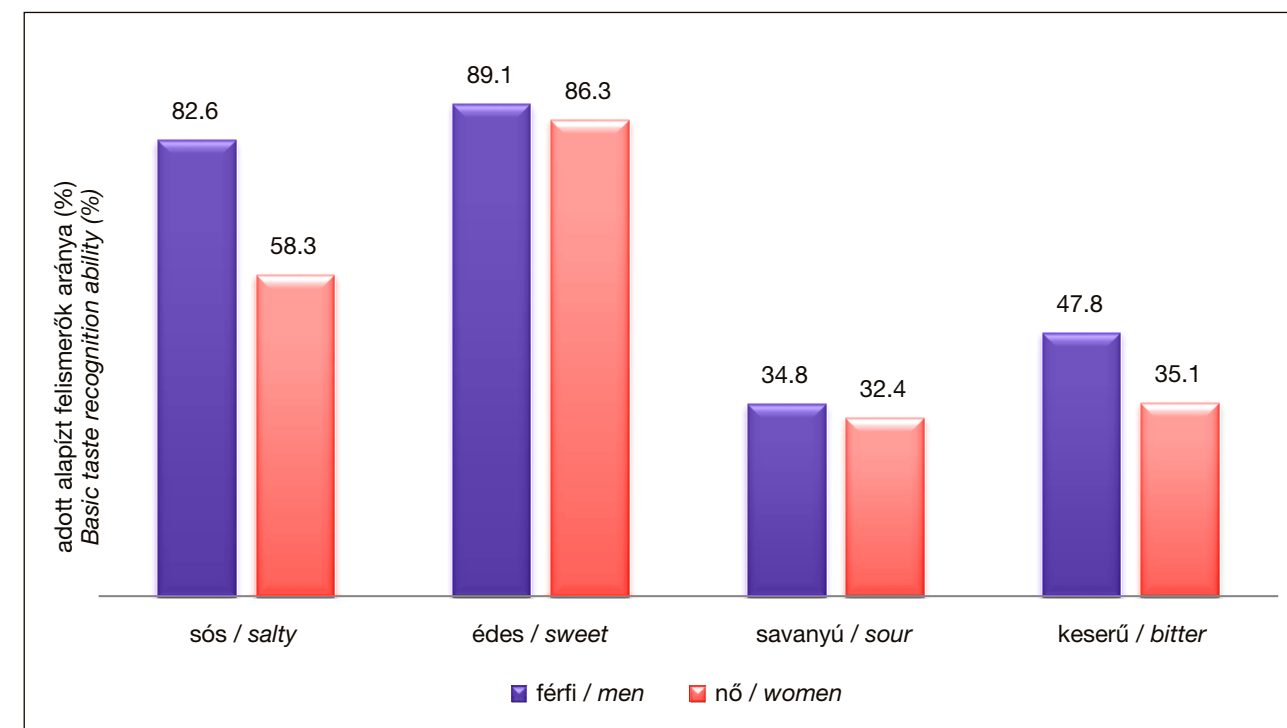
1. ábra. Alapízfelismerő-képesség az összes kóstoló (123 fő) esetén  
Figure 1 Basic taste recognition ability for all tasters (123 persons)



3. ábra Alapízfelismerő-képesség (%) szem használata nélkül az összes kóstoló (123 fő) esetén  
Figure 3 Basic taste recognition ability (%) without the use of the eyes for all tasters (123 persons)

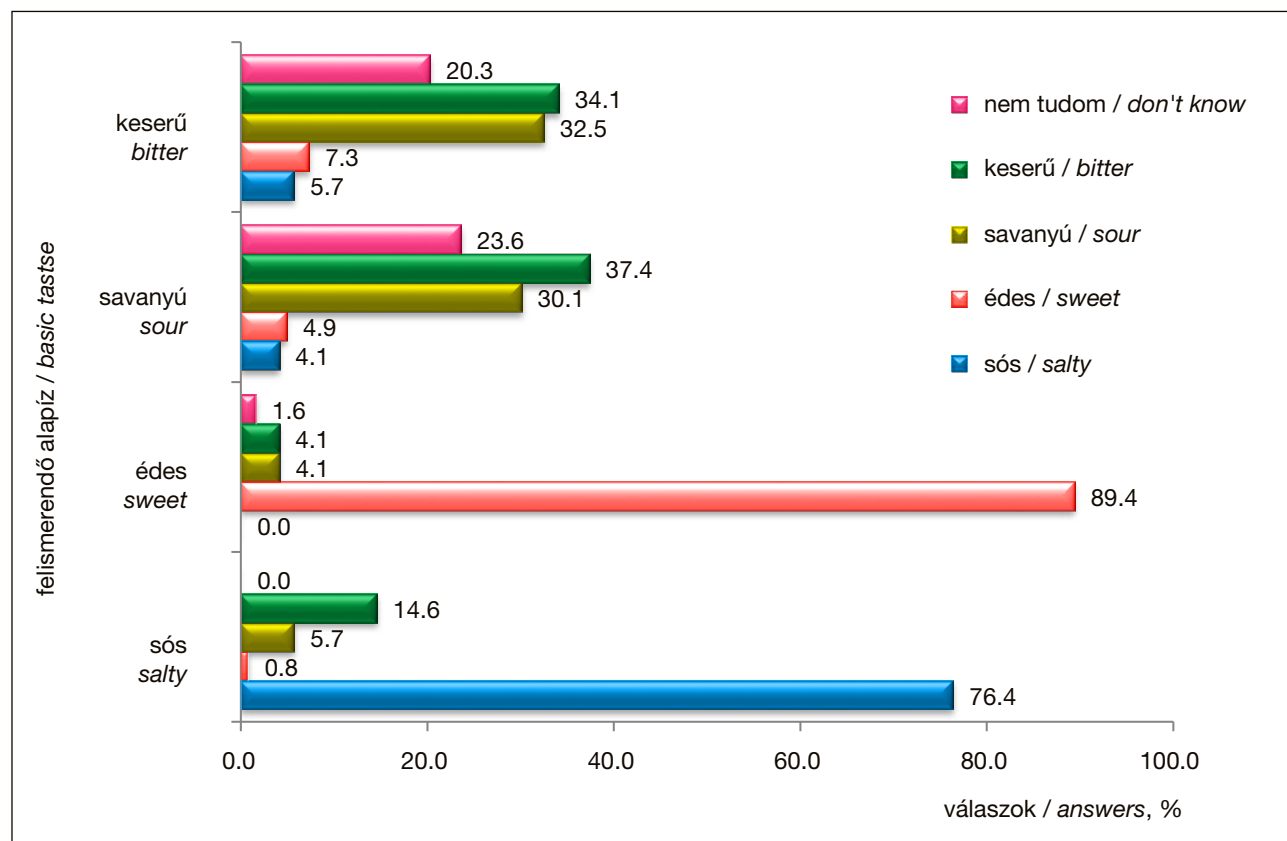


2. ábra. Alapízfelismerő-képesség (%) nemek szerint bontásban  
Figure 2 Basic taste recognition ability (%) by gender

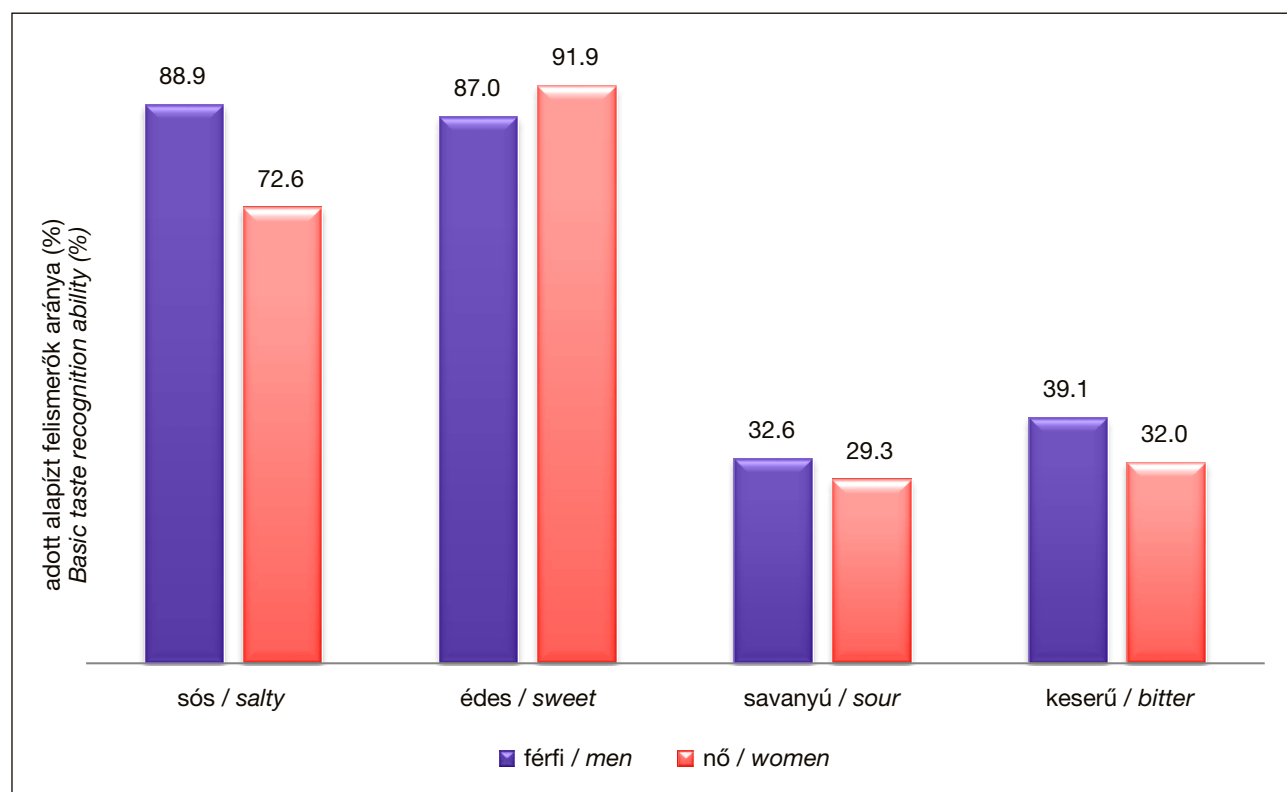


4. ábra. Alapízfelismerő-képesség (%) a szem használata nélkül, nemek szerint bontásban  
Figure 4 Basic taste recognition ability (%) without the use of the eyes, by gender

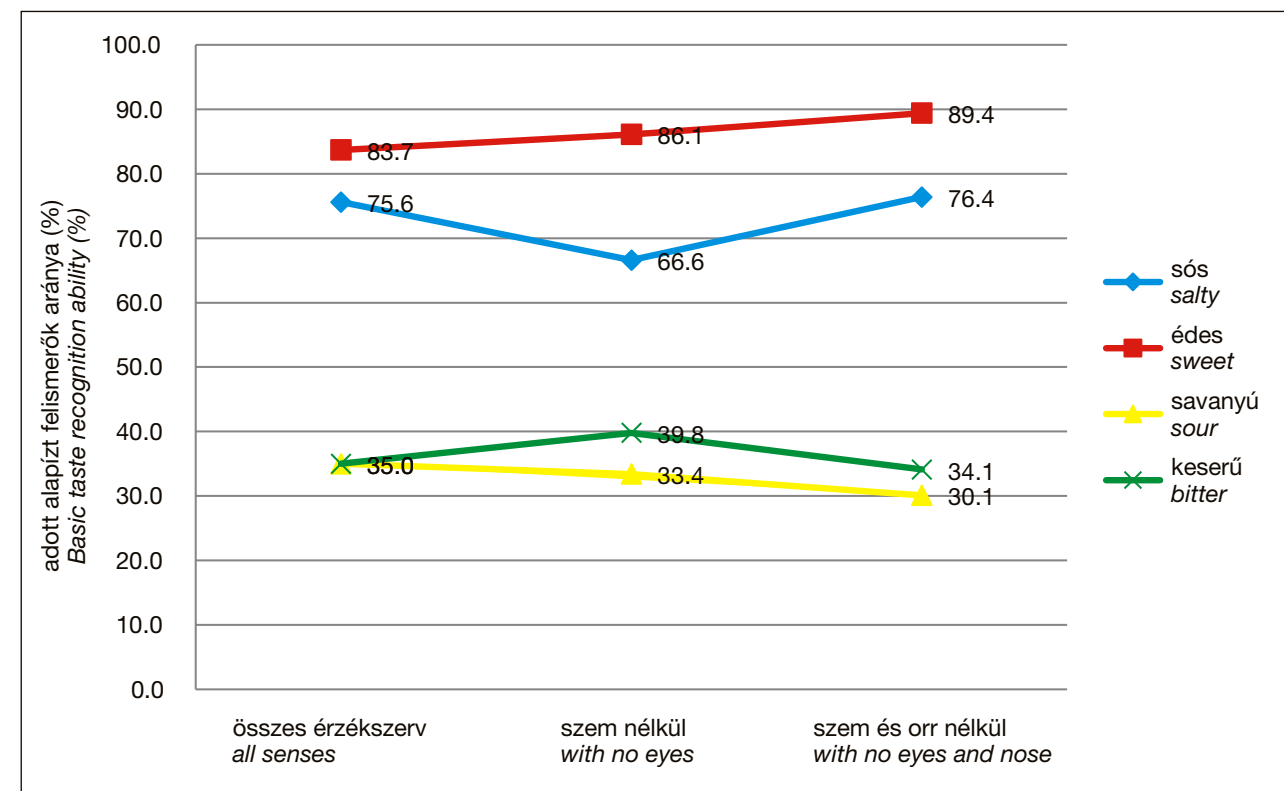




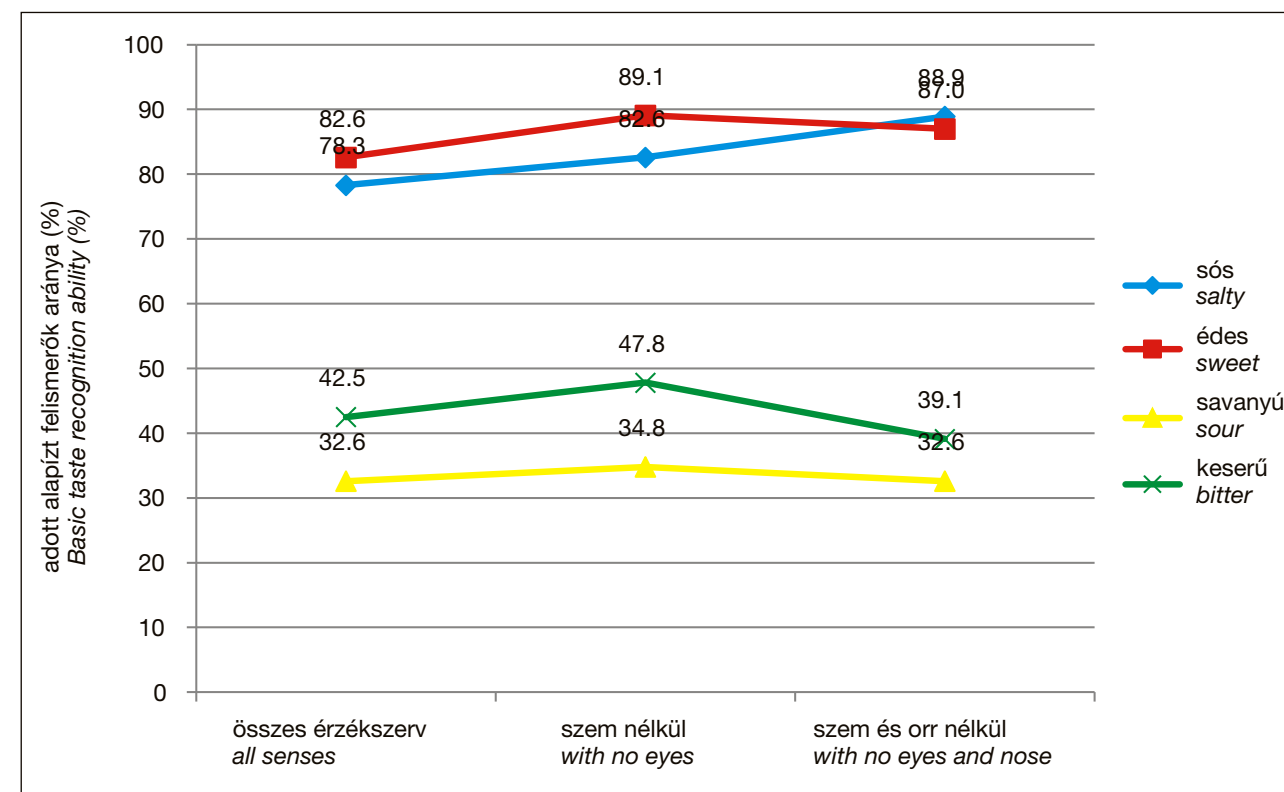
5. ábra. Alapízfelismerő-képesség szem és orr használata nélkül az összes kóstoló (123 fő) esetén  
Figure 5 Basic taste recognition ability without the use of the eyes and the nose for all tasters (123 persons)



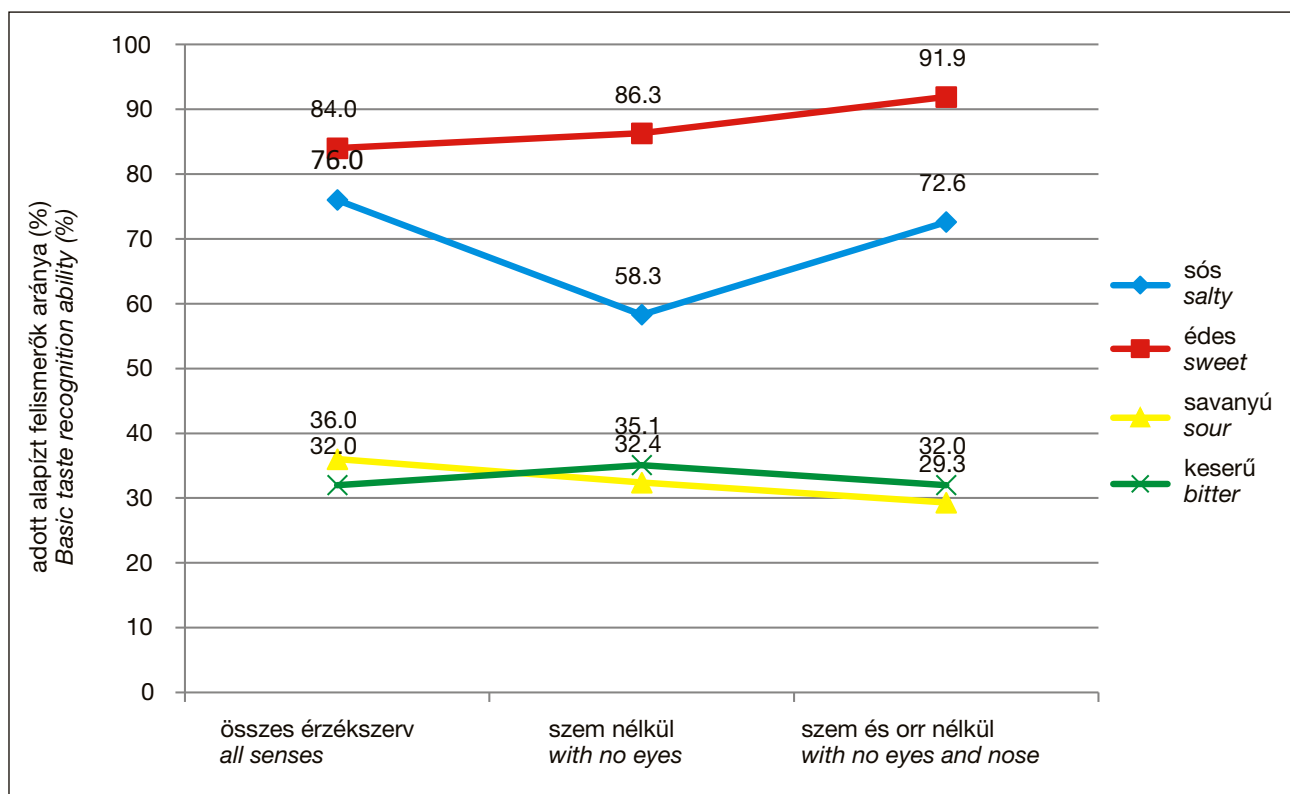
6. ábra. Alapízfelismerő-képesség (%) a szem és orr használata nélkül, nemek szerint bontásban  
Figure 6 Basic taste recognition ability (%) without the use of the eyes and the nose, by gender



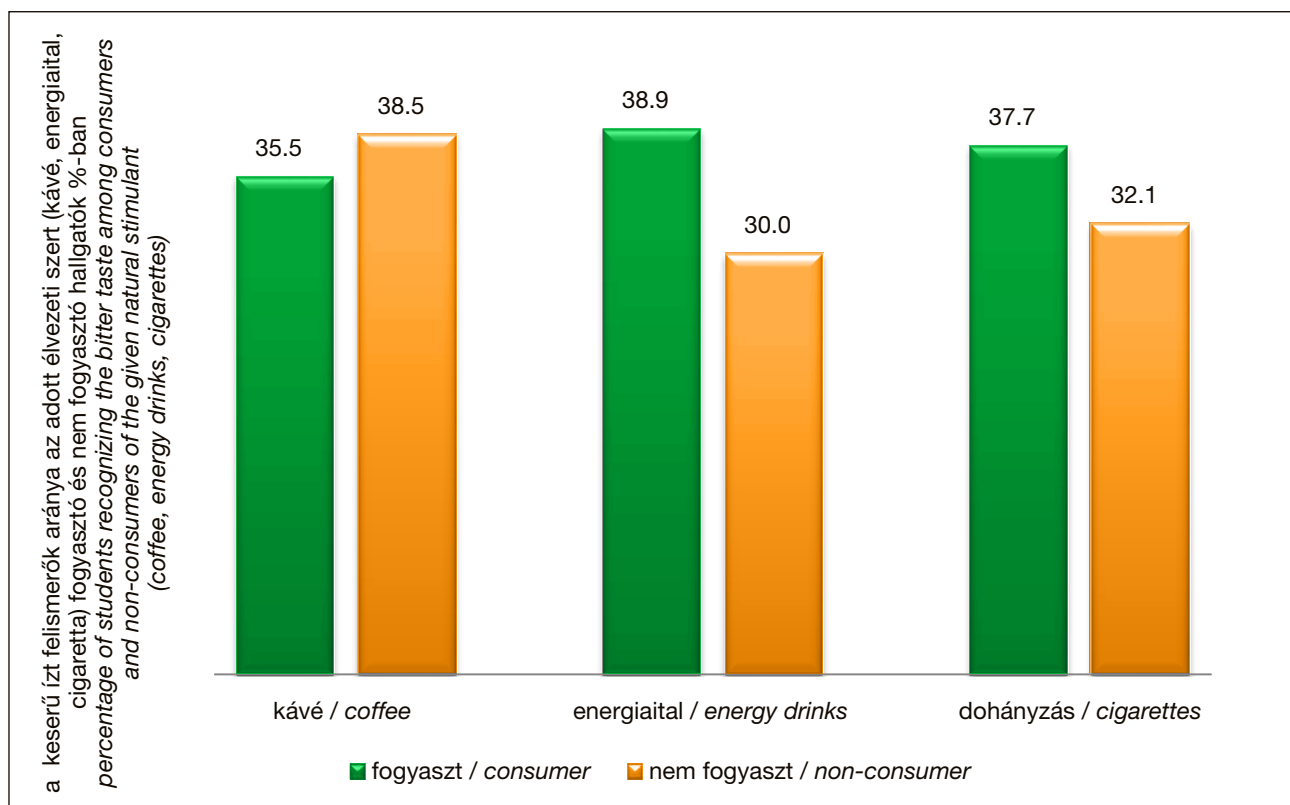
7. ábra. Alapízfelismerő-képesség változása a szem és az orr használatának függvényében  
Figure 7 Changes in basic taste recognition ability as a function of the use of the eyes and the nose



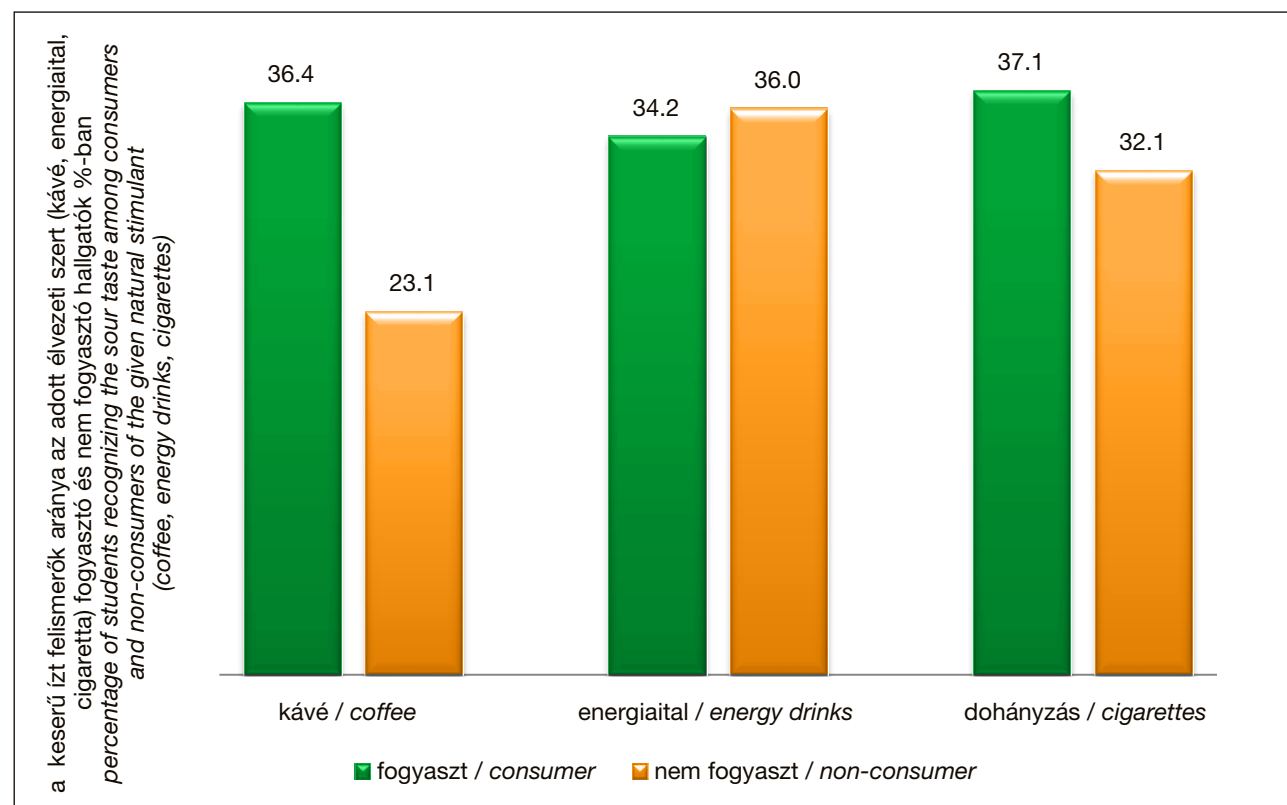
8. ábra. Férfiak alapízfelismerő-képesség változása a szem és az orr használatának függvényében  
Figure 8 Changes in basic taste recognition ability for men as a function of the use of the eyes and the nose



9. ábra. Nők alapízfelismerő-képesség változása a szem és az orr használatának függvényében  
Figure 9 Changes in basic taste recognition ability for women as a function of the use of the eyes and the nose



10. ábra A keserű ízt felismerők aránya az adott élvezeti szert (kávé, energiaital, cigaretta) fogyasztó és nem fogyasztó hallgatók %-ában (fogyasztók és nem fogyasztók aránya: kávé - 89,4:10,6; energiaital - 59:41; dohányzás - 56,6:43,4)  
Figure 10 Percentage of students recognizing the bitter taste among consumers and non-consumers of the given natural stimulant (coffee, energy drinks, cigarettes) (proportion of consumers and non-consumers: coffee - 89.4:10.6; energy drinks - 59:41; cigarettes - 56.6:43.4)



11. ábra. A savanyú ízt felismerők aránya az adott élvezeti szert (kávé, energiaital, cigaretta) fogyasztó és nem fogyasztó hallgatók %-ában (fogyasztók és nem fogyasztók aránya: kávé - 89,4:10,6; energiaital - 59:41; dohányzás - 56,6:43,4)  
Figure 11 Percentage of students recognizing the sour taste among consumers and non-consumers of the given natural stimulant (coffee, energy drinks, cigarettes) (proportion of consumers and non-consumers: coffee - 89.4:10.6; energy drinks - 59:41; cigarettes - 56.6:43.4)



A kép illusztráció / Picture is for illustration only  
Fotó/Photo: Pixabay



## 6. Irodalom

- [1] Atkinson, R. L., Atkinson, R. C., Smith, E. E., Bem, D. J. (2003): Pszichológia, Osiris Kiadó, Budapest, ISBN: 9633894476
- [2] Breslin, P. A. S., Spector, A. C. (2008): Mammalian taste perception. *Current Biology*, 18. 4. R148-R155. <https://doi.org/10.1016/j.cub.2007.12.017> (Hozzáférés: 2017.01.12.)
- [3] Breslin P. A.S. (2013): An evolutionary perspective on food and human taste. *Current Biology* 23. R409–R418, <http://dx.doi.org/10.1016/j.cub.2013.04.010> (Hozzáférés: 2017.01.12.)
- [4] Csépe V., Győri M., Ragó A. (szerk.) (2007): Általános pszichológia 1. - Észlelés és figyelem, Osiris Kiadó, Budapest, ISBN: 9789633899182
- [5] Drewnowski, A. (1997): Taste preferences and food intake. *Ann. Rev. Nutr.* 17. 237-253.
- [6] Grunberg, N. E. (1982): The effects of nicotine and cigarette smoking on food consumption and taste preferences. *Addict Behav.* 7. 317-331.
- [7] Jacob, N., Golmard, J. L., Berlin, I. (2014): Differential perception of caffeine bitter taste depending on smoking status. *Chem. Percept.* (7)2: 47-55.
- [8] Laugerette, F., Passilly-Degrace, P., Patris, B., Niot, I., Febbraio, M., Montmayeur, J. P., Besnard, P. (2005): CD36 involvement in orosensory detection of dietary lipids, spontaneous fat preference, and digestive secretions. *J. Clin. Invest.*, 115. 11. 3177-3184.
- [9] Lenkovics B., Fekete-Frojimovics Zs., Magyaró Horváth K. (2016): A Budapesti Gazdasági Egyetem vendéglátó és szálloda szakirányos hallgatóinak ízküszöbérték vizsgálata, In: Bíró L. és mtsai (szerk.): A 60 éves Magyar Táplálkozástudományi Társaság XLI. vándorgyűlése: Program és az előadások kivonatai. (ISBN:978-615-5606-02-1) Konferencia helye, ideje: Esztergom, Magyarország, 2016.10.06-2016.10.08. Magyar Táplálkozástudományi Társaság, Budapest, p. 42.
- [10] Lindemann, B., Ogiwara, Y., Ninomiya, Y. (2002) The discovery of umami. *Chem Senses*, 27. 9: 843-844.
- [11] MSZ ISO 3972:2014. Érzékszervi vizsgálat. Módszertan. Az ízérzékenység vizsgálati módszere. Sensory analysis. Methodology. Method of investigating sensitivity of taste. Magyar Szabványügyi Testület: <http://www.mszt.hu> (Hozzáférés: 2017.01.12.)
- [12] MSZ ISO 8587:2014. Érzékszervi vizsgálat. Módszertan. Rangsorolás. Magyar Szabványügyi Testület: <http://www.mszt.hu> (Hozzáférés: 2017.01.12.)
- [13] otszonline.hu (2014): Szag és ízérzékelési zavarok az alapellátásban. [http://www.otszonline.hu/cikk/szag\\_es\\_izerzekelesi\\_zavarok\\_az\\_alapellatasban](http://www.otszonline.hu/cikk/szag_es_izerzekelesi_zavarok_az_alapellatasban) (Hozzáférés: 2016.12.07.)
- [14] Prescott, J., Ripandelli, N., Wakeling, I. (2001): Binary taste mixture interactions in PROP non-taster, medium-taster and super-taster. *Chem. Sense*, 26. 993-1003.
- [15] Reich, L. (1891): Apró közlemények. *Természettudományi Közlöny*. XXIII. 265. 488-489.
- [16] Sekuler, R., Blake R. (2000): Észlelés. Osiris Kiadó, Budapest, ISBN: 9789633894118
- [17] Yackinous, C. A., Guinard J-X. (2000): Relation between PROP (6-n-propylthiouracil) taster status, taste anatomy and dietary intake measures for young men and women. *Appetite*, 38. 201-209.
- [18] Vincent, J. (2014): Coffee and cigarettes actually a terrible, not very tasty, combination, say scientists. *Independent News*, <http://www.independent.co.uk/news/science/cigarettes-and-coffee-are-actually-a-terrible-combination-say-scientists-9214709.html> (Hozzáférés: 2016.12.20.)
- [19] Walker, L. (2015): Factors influencing taste perception. [https://www.fona.com/sites/default/files/WhitePaper\\_Factors%20Influencing%20Taste%20Perception.pdf](https://www.fona.com/sites/default/files/WhitePaper_Factors%20Influencing%20Taste%20Perception.pdf) (Hozzáférés: 2017. április 17.)



## Agilent Bond Elut: Accuracy Starts Here

Az elmúlt 30 év alatt a Bond Elut az egyik legmegbízhatóbb márkánév vált a szilárd fázisú extrakció termékeinek területén. Analitikai laborok évek óta használnak Bond Elut termékeket a világ különböző országaiban. Számos publikáció alapját képezik azok a mérési eredmények, ahol a szilárd fázisú extrakció során Bond Elut patronokat használtak.

- Minőség**

A Bond Elut gyártása során a legkorszerűbb automatizált technikát használják, ezzel biztosítva a magas minőséget és konzisztenciát. Optikai szkennerek vizsgálják a patronokat több különböző ponton, így a gyártási folyamat teljes ideje alatt összesen 25 vizsgálatot végeznek el. Ennek köszönhető, hogy folyamatosan megbízható minőségű termékek kerülnek a felhasználókhoz.

- Kínálat**

A Bond Elut patronok megtervezésekor fontos szempont volt, hogy egyaránt alkalmas legyen a kézi és az automatikus munkavégzésre. Jelenleg több, mint 40 különböző töltet érhető el. A legelterjedtebbek a specifikus módszerekhez ajánlott szilika alapú fázisok, illetve a gyors módszerekhez javasolt a polimer alapú fázisok. A patronok számos méretben és formában állnak rendelkezésre. A nyitott egyenes hengerektől kezdve, a nagy kapacitású (LCR) patronokon át, a kisméretű Bond Elut Junior-ig (Jr), valamint a széles körben kedvelt 96-well plate forma is elérhető. A Bond Elut patronok széles választékkal, innovatív megoldásokkal támogatják a felhasználók igényeit nap, mint nap.

További információért látogasson el a [www.agilent.com/chem/spevideo](http://www.agilent.com/chem/spevideo) oldalra.



Zsófia Fekete-Frojimovics<sup>1</sup>, Beatrix Lenkovics<sup>1</sup>, Kinga Magyarné Horváth<sup>1</sup>,  
Tímea Jakuschné Kocsis<sup>2</sup>, Andrea Lugasi<sup>1</sup>

Received: August 2017 – Accepted: March 2018

# Study of basic taste recognition among the tourism and catering management students of the Budapest Business School

**Keywords:** basic tastes, taste sensing, sense organs, preference

## 1. Summary

The role of sensory analyses in the food industry and in gastronomy has increased significantly in the last decade. The regulation of both quality and certification is of paramount importance in this area as well.

In this paper presenting our series of analyses, we endeavored to find out to what extent tourism and catering management students are able to recognize the four basic tastes (sweet, salty, sour, bitter) when using all of their senses, and whether their abilities are affected by the exclusion of sight and smell.

In the first part of the study, tasters could use all their sense organs. In this case, sweet and salty tastes were properly recognized by more than 75% of the students. However, sour and bitter tastes were correctly identified by only 30% of the students, many mixed them up, and a quarter of the students did not even attempt to identify the taste. In terms of sensing sweet, salty and sour tastes, there was no difference between men and women, but the bitter taste was properly identified by more than 40% of men, and only 30% of women.

False identification of bitter and sour tastes to such a large extent can be explained by significant consumption of coffee, tea or cigarettes, or by an inappropriate diet [7]. During smoking, substances in the tobacco smoke can greatly impair the functioning of taste buds. Consumption of energy drinks and tea can also add to the flavor reducing effect of coffee and cigarettes, so these factors together could be responsible for the large number of false identification of the bitter taste.

## 2. Literature overview

The sensing of taste (gustatory perception or gustation) is a chemical sensing process that can only be linked to water-soluble compounds, since the given chemical substance has to dissolve in the saliva to be able to stimulate the receptors. The location of the sensation of taste is exclusively the oral cavity, mainly the tongue and the soft palate, the throat and the pharynx. Receptors are found in the papillae, which contain different numbers of taste buds. There

are about 20 to 25 receptor cells in a taste bud. Receptor cells are being replaced continuously, their half life is 10 to 14 days [6].

The sensation of taste starts with the stimulation of the taste buds. Our sensitivity to taste is determined by the number of taste buds. The number of taste buds differs from person to person, in healthy individuals there could even be a fourteenfold difference in the amount of taste buds. Thus, those with more taste buds will feel a given taste more intense than individuals with fewer taste buds [19].

Based on psychophysiological studies, we can distinguish four basic tastes, but recently umami (the taste of sodium glutamate) has also been classified as a basic taste. The study of taste sensation means the recognition of these four basic tastes (sweet, salty, sour, bitter) and the measurement of their intensities, and these are supplemented two more tastes, umami and metallic taste, by standard MSZ ISO 3972:2014 [11]. Some scientific studies have already mentioned fat taste as a possible basic taste as well [8].

There is a very close relationship between taste and smell. An example of this is that when the mucous membrane of a sick person swells during a cold or a flu, they can lose not only their sense of smell, but also their sense of taste. The sensation of taste may deteriorate in the case of certain poisoning or following the inhalation of highly volatile organic substances. Smell contributes to the sense of taste, because tasting and smelling interact with each other. When eating with your nose held, the elimination of smells inhibits the recognition of foods, the taste of food is weakened, or it feels completely tasteless. When, after freeing the nostrils, smells are added to the tastes, the sensation of taste becomes stronger. With regaining smells, aromas also return [16]. The intensity of a taste is influenced by several factors, for example, the temperature of the given substance (food or drink), the physiological state of the tasting person (e.g., hunger, pregnancy), smoking, eating habits, or even the time of day [6]. Similarly to smells, women have a higher sensitivity to tastes than men [19].

The four basic tastes can be perceived without smells, but there are more complex tastes, where smelling plays a role in the sensation of taste. In two people, the same stimulus triggers different reactions, which can be traced back to genetic differences, but past experience may also have a decisive influence on the sensation of taste. For example, some people perceive saccharin bitter, while others not, and the difference seems to be genetically determined [1].

This finding is supported by a New Zealand research in which the complex taste sensation of the participants was investigated by tasting paired mixtures (sweet-sour, sweet-bitter, salty-bitter, salty-sour). Results of the experiment showed, among other things, that the degree of tasting can also be determined by genetic factors. For almost everyone, a certain concentration can be determined, at which tastes become recognizable, however, at lower concentrations, tastes in the pairs do not become individually identifiable, not even in the group of “supertasters”. The specific flavors could only be recognized by the groups when one of the tastes was present in a higher concentration in the mixture, however, at identical concentrations this could not be achieved [14]. About 25% of people are supertasters with 167 taste buds per square centimeter, while on the tongue of average tasters only 127 papillae are found on average [16].

Differences in the taste and smell sensations of individuals can be caused by pathological changes, such as parosmia (distorted smell sensation), dysgeusia (distorted taste sensation) or hypogeusia (reduced taste sensation) [13]. Also decisive could be taste aversion, a learned process that helps individuals to avoid foods that cause diseases or that are toxic, or neophobia, i.e., shying away from new tastes [4].

As a side effect of certain medicines, a loss of taste sensation can also be experienced, and the same can happen when consuming caffeine-containing or alcoholic beverages, or energy drinks regularly. When examining the bitter taste sensation of smokers, non-smokers and people who have given up smoking it was determined by Jacob et al. [7] that the recognition of salty, sweet and sour tastes was not influenced by smoking habits. At the same time, the worst bitter taste recognition abilities were detected among ex-smokers, and the bio-accumulation of toxic substances in cigarette smoke was identified as the reason for this by the authors.

Taste sensitivity also depends on the temperature, for example, it is harder to notice the bitter taste at higher temperatures, while the sensitivity to sugar increases with increasing temperature [16].

Experiments related to taste sensation were already carried out by Goldscheider and Schmidt in 1890. With the help of liquids of different taste, the taste capturing ability of the tongue and the pharyngeal cavity, and as well as the effect of the given substances were examined separately. A thin fiber was dipped into the liquid to be examined and the papillae of the tongue were touched by these. According to their early findings, the papillae react to the tastes differently. Based on their study, salty taste is perceived at the back of the tongue, bitter taste at the edge of the tongue, while sweet taste was identified in the hard and soft palate [15]. Previously it was thought – and many people still think – that the perception of the basic tastes can be assigned to different regions of the tongue: sweet at the tip, salty at the edge in the front, sour at the edge in the back and bitter at the back. However, according to recent studies, almost all receptors react to all tastes, more strongly to some and less strongly to others [2].

According to the German researcher Henning, primary tastes are sweet, salty, sour and bitter. The relationship between the different tastes was depicted by a taste tetrahedron, with the four taste qualities at the corners of the tetrahedron. Henning wanted to emphasize the unity of the four taste qualities, and rejected the idea that the four basic tastes can be perceived separately in complex taste mixtures [16].

The so-called “umami” taste was discovered by Kikunae Ikeda, a Japanese researcher, at the beginning of the 20<sup>th</sup> century. In a 1908 publication

<sup>1</sup> Budapest Business School, Faculty of Commerce, Hospitality and Tourism Department of Hospitality

<sup>2</sup> Budapest Business School, Faculty of Commerce, Hospitality and Tourism Department of Methodology for Business Analysis



umami was mentioned as protein flavor. It was proven in 1996 that there receptors for the umami taste on the tongue [10].

With the help of tasting, to some extent, we can carry out the quality control of the given foods, for example, we can distinguish between edible and inedible foods, or harmless and harmful ones. Taste stimuli are also suitable for indicating the taste quality of a food, for example, bitter taste may indicate the presence of a toxin. Most people are most sensitive to the perception of bitter taste, because the taste threshold is generally lowest for this basic taste, so bitter taste can be felt at very low concentrations [3]. Tastes are often classified by us, they can be either pleasant or unpleasant. Bitter taste is usually considered unpleasant, while sweet taste is thought to be pleasant. We generally prefer to eat foods with a pleasant (sweet) taste, and usually avoid foods with an unpleasant (bitter) taste. There are inherited and learned preferences. The inherited preferences are strongly positive for the sweet taste, moderately positive for the salty taste, strongly negative for the bitter taste and moderately negative for the sour taste [5]. These preferences can be modified by learning [4].

One of the mandatory subjects of the tourism and catering management students of the Budapest Business School is food and beverage knowledge, during the laboratory practice of which future catering experts gain insight into the laboratory analyses of alcoholic and non-alcoholic beverages, foods of plant and animal origin, natural stimulants, such as tea, coffee, cocoa, etc. The quality of the above-mentioned foods, their suitability for human consumption and, in cases, sensory properties expressing their composition characteristics and enjoyment value are studied by the students. Since the sensation of tastes and the ability to distinguish between them is essential in the world of cooking and gastronomy, in our research we sought to answer the question how the taste recognition ability and taste sensation of future catering experts can be characterized, and what the factors are that influence these abilities, important from a catering practice point of view (for example, gender, consumption habits of certain foods, the use of other sensory organs or colors).

In the present paper, our results regarding the basic taste recognition abilities and taste threshold values of the students are communicated.

### 3. Materials and methods

Standard testing of the basic taste recognition ability was performed according to MSZ ISO 8587:2014 [12] using the ranking method, involving students. For carrying out the tests, stock solutions corresponding to the four basic tastes (sweet, salty, sour, bitter) were prepared. Sucrose was used for the sweet taste, 98.3% purity iodinated vacuum salt (sodium chloride)

for the salty taste, citric acid for the sour taste and caffeine for the bitter taste, dissolved in distilled water. All of the stock solutions and the dilutions made from them were transparent and colorless, and so taste recognition was not influenced by the color of the liquid. Concentrations of the stock solutions were as follows: sucrose – 0.15 w/v%, sodium chloride – 0.02 w/v%, citric acid – 0.0050 w/v%; caffeine – 0.0036 w/v%. The dilution series were prepared from the stock solutions according to **Table 1**, where the given volume of the stock solution was made up to 250 ml with distilled water.

Earlier taste threshold value studies with the involvement of tourism and catering students of BBS revealed that tastes were recognized with certainty in the 6<sup>th</sup> and 7<sup>th</sup> dilution [9]. Therefore, in the present study, the 9<sup>th</sup> dilution series was selected, where the concentrations of the compounds responsible for the basic tastes were as follows: sucrose 0.55 w/v%, sodium chloride 0.18 w/v%, citric acid 0.025 w/v%, caffeine 0.01 w/v%. This way, we could be sure that participants of the study could perceive the basic tastes well and can identify them. Stock solutions and dilutions were prepared freshly on each test day, and were kept in labeled flasks with ground glass stoppers until use to prevent contamination.

The four solutions of different taste were given to each student separately in four translucent glasses of identical size and shape, labeled with a randomly selected three-digit code. Together with the samples, a test sheet was also provided, containing the three-digit code numbers of the samples and five possible choices (sweet, salty, bitter, sour, don't know). After tasting the liquids in the four glasses, students had to indicate on this test sheet the basic taste corresponding to the given code, or the fact that they could not identify the taste.

The study was carried out by the students in three different situations: first, they could use all their senses during the taste recognition, in the next step, they had to keep their eyes closed, and during the third tasting, they had to identify the taste of the four solutions in the glasses with their eyes closed and holding their noses. Between the three tastings, students could consume flavor neutralizing materials (bread, crescent roll). In the experiment, care was taken to make sure that taste recognition was not disturbed by successive tastings.

Prior to the testing of the basic taste recognition ability, students were asked to fill out a questionnaire measuring consumption frequency, in which we sought to find out how often they consumed dishes and foodstuffs that, according to the literature, may distort the perception of basic tastes. Products presumably influencing the recognition of basic tastes are coffee, tea (*Camellia sinensis*), cola drinks, energy drinks, chocolate, alcoholic beverages and artificial sweeteners [18].

128 persons participated in our study, 123 of which submitted test sheets that could be evaluated. The age of the participants ranged from 20 to 23 years, there were 47 women and 75 men, with 1 person not indicating their gender, and so he/she was omitted from the evaluation of the results when analyzing gender-specific answers. Our results were analyzed by mathematical-statistical methods, and significance levels and, where possible, Cramer's coefficient were calculated.

## 4. Results

### 4.1. Basic taste recognition ability

83.7% of students (123 persons) recognized the sweet taste of the 0.55 w/v% solution with great certainty, 8.9% felt it bitter, 3.3% sour and 1.6% salty. 2.4% could not identify it. Salty taste (0.18 w/v%) was recognized by 93 persons (75.6%), 15.4% felt it bitter, 5.7% sour and 0.8% sweet, 2.4% could not identify it properly (**Figure 1**).

Sour (0.025 w/v%) and bitter (0.01 w/v%) tastes were mixed up and could not be properly identified by the students (**Table 2**). One quarter of the students did not even attempt to identify the tastes. In both cases, the given taste was recognized properly by 35% (43 persons). Sour taste was felt bitter by 28.5% of respondents (35 persons), while bitter taste was perceived sour to a similar extent (22.8%, 28 persons).

There were no significant differences between the sexes (**Figure 2**). Salty (men: 78.3%; women: 76%), sweet (men: 82.6%; women: 84%) and sour tastes (men: 32.6%; women: 36%) were recognized by men and women to nearly the same extent, significant difference was only observed in the case of the bitter taste, in favor of men (42.5% vs. 32.0%).

Overall it can be stated that the students had fully developed sweet and salty taste recognition abilities, but sour and bitter tastes were not recognized or only with difficulty.

### 4.2. Basic taste recognition ability without the use of the eyes

In the next part of the study series, students could not use their eyes when tasting basic tastes. Students recognized sweet taste with great certainty (86.2%), but salty taste was only identified properly by 66.6% of them (**Figure 3**). Bitter taste was recognized by 39.8% of them, and sour taste by 30.9%, but in this case, these two basic tastes were mixed up again by many of them (**Table 3**). Compared to what was experienced when using all the senses, the proportion of students who did not even try to identify sour and bitter taste decreased (18.7% and 9.8%).

When tasting without using the eyes, salty taste was correctly recognized by 82.6% of men, sweet taste by

89.1%, sour taste by 34.8% and bitter taste by 47.8% (**Figure 4**). In contrast, the number of women who could identify salty (58.3%) and bitter (35.1%) tastes was significantly lower, while they recognized sweet (86.3%) and sour (32.4%) tastes to approximately the same extent as men (**Figure 4**).

### 4.3 Basic taste recognition ability without the use of the eyes and the nose

In the next part of the study series, the use of two sensory organs was avoided by the tasters, the eyes and the nose.

Considering the results of all tasters, salty taste was correctly identified by 76.4%, sweet taste by 89.4%, sour taste by 37.4% and bitter taste by 34.1% (**Figure 5**). In the absence of two sensory organs, similarly to what was experienced earlier, the latter two tastes were mixed up by a large proportion of students (**Table 4**). Sour taste was felt bitter by 37.1%, while bitter was felt to be sour by 32.5%. The proportion of students who did not feel these two tastes at all was greater in the absence of two senses, than it was when only the eyes could not be used.

Breaking down the data by gender, it can be observed that the taste recognition ability of men was better than that of the women in the case of the salty, sour and bitter tastes, while the sweet taste was recognized by a greater proportion of women when not using the eyes and the nose (**Figure 6**).

### 4.4. Changes in the basic taste recognition ability as a function of the use of the different sensory organs

Taking into consideration the responses of all of the students, the effects of the exclusion of vision, and then vision and smell on the changes in the basic taste recognition ability are shown in **Figure 7**. The figure clearly shows that in all three cases the sweet and salty tastes were identified by the students with the greatest certainty, while the identification of the sour and bitter tastes was difficult for the majority of the students.

Fewer students were able to recognize the salty taste when not using the eyes, while when the ability to smell was also eliminated, the taste was recognized by the same number of students as when using all the senses. The majority of students were capable of identifying the sweet taste.

Just over one third of the students could recognize the sour taste, and their proportion decreased slightly when eliminating the eyes, or the eyes and the nose together. 35% of the students were able to identify the bitter taste when using all of their senses, with the elimination of the eyes this ratio decreased slightly, to 32.6%. In the absence of both vision and smell, the same number of students felt this taste as when using all the senses.

## 5. Summary

In our investigations, results contradicting literature data and assumptions were obtained. In the case of the bitter and sour tastes, it was examined what the extent of the recognition of these two basic tastes was among consumers and non-consumers of coffee and energy drinks, as well as among smokers and non-smokers. When assembling the data for the consumption of foodstuffs and natural stimulants modifying the taste recognition ability, consumption frequencies (occasionally, monthly, weekly, several times, daily and several times each day) were taken into consideration. The proportion of consumers and non-consumers were as follows: coffee – 89.4:10.6; energy drinks – 59:41; smoking – 56.6:43.4.

The number of persons in the present study not consuming the other natural stimulants investigated (tea, cola drinks, chocolate, sweeteners, alcohol) was so low that their effect in our analyses was considered to be negligible.

When examining the extent of the recognition of the bitter taste among consumers (users) and non-consumers (non-users) of the given natural stimulant (coffee, energy drinks, cigarettes), it was found that the bitter taste was correctly recognized by a smaller proportion of coffee consumers and a greater proportion of energy drink consumers and smokers (**Figure 10**). In the case of the sour taste, this basic taste was recognized by a greater proportion of coffee consumers and smokers, and by a smaller proportion of energy drink consumers (**Figure 11**). 36% of those who consume coffee more or less often, but only 23.1% of non-consumers could identify the sour taste. Unfortunately, no data were collected regarding the time elapsed between drinking coffee and performing the test. Our results show that when consuming certain natural stimulants, the taste recognition ability might change, but it does not necessarily weaken, in certain cases it even might be enhanced [17].

In our second examination, students participating in the experiment could not use their eyes. In this case, the taste recognition ability of men was enhanced for all four basic tastes. Women recognized the sweet and bitter taste in a greater, while the salty and sour taste in a smaller proportion.

The improvement in the taste recognition ability could be explained by the change in tasting conditions. Tests were carried out by the students in groups of 15 within the framework of regular classes, and in these circumstances, external stimuli, such as the presence of the companions, the instructor or the technician might have distracted their attention. When eliminating vision, visual stimuli ceased to exist, and so students could focus their attention on the experimental task at hand. However, this hypothesis can only explain the improvement in taste recognition

in the case of male students, in the case of female students the recognition ability remained unchanged.

Most often, the bitter taste was identified as sour by the students, especially in cases where they could only rely on their sense of taste. The Cramer coefficient, measuring the closeness of the relationship, indicates a weak stochastic relationship (0.25).

In the third test, students could use neither their eyes, nor their nose, and in this case the recognition of basic tastes was similar to the results of the second test, both for women and men. A possible explanation for this phenomenon is that the recognition of taste can only be influenced by smelling, if the food/drink in question have a smell, i.e., at the temperature of the test volatile compounds are released into the atmosphere, and from there to the olfactory epithelium. Pleasant or unpleasant sensations in the nose are matched by the brain with the corresponding emotions, memories or a sense of danger, and a response is sent to the body whether to consume the given food/drink or not. Considering the fact that in our tests the non-volatile compounds giving rise to the basic tastes were dissolved in water at room temperature and the temperature of the glasses was the same, the solutions did not have a smell or only a slight one, and so smelling was involved in taste perception to a very small extent, therefore, the change in the number of correct answers was negligible.

In our present paper, the first results of a series of tests regarding tastes and tasting are presented. However, we consider it important to carry out further studies in the area of factors influencing taste recognition. Both in the hospitality industry and in the practice of the households it is good to be aware of the effects, smells and tastes that make the guests or even other members of the family feel something different during the consumption of a meal than the preparer of the food. That is why further studies are being carried out with respect to colors as factors that influence taste recognition. Results of this series of tests will be summarized in our next article.

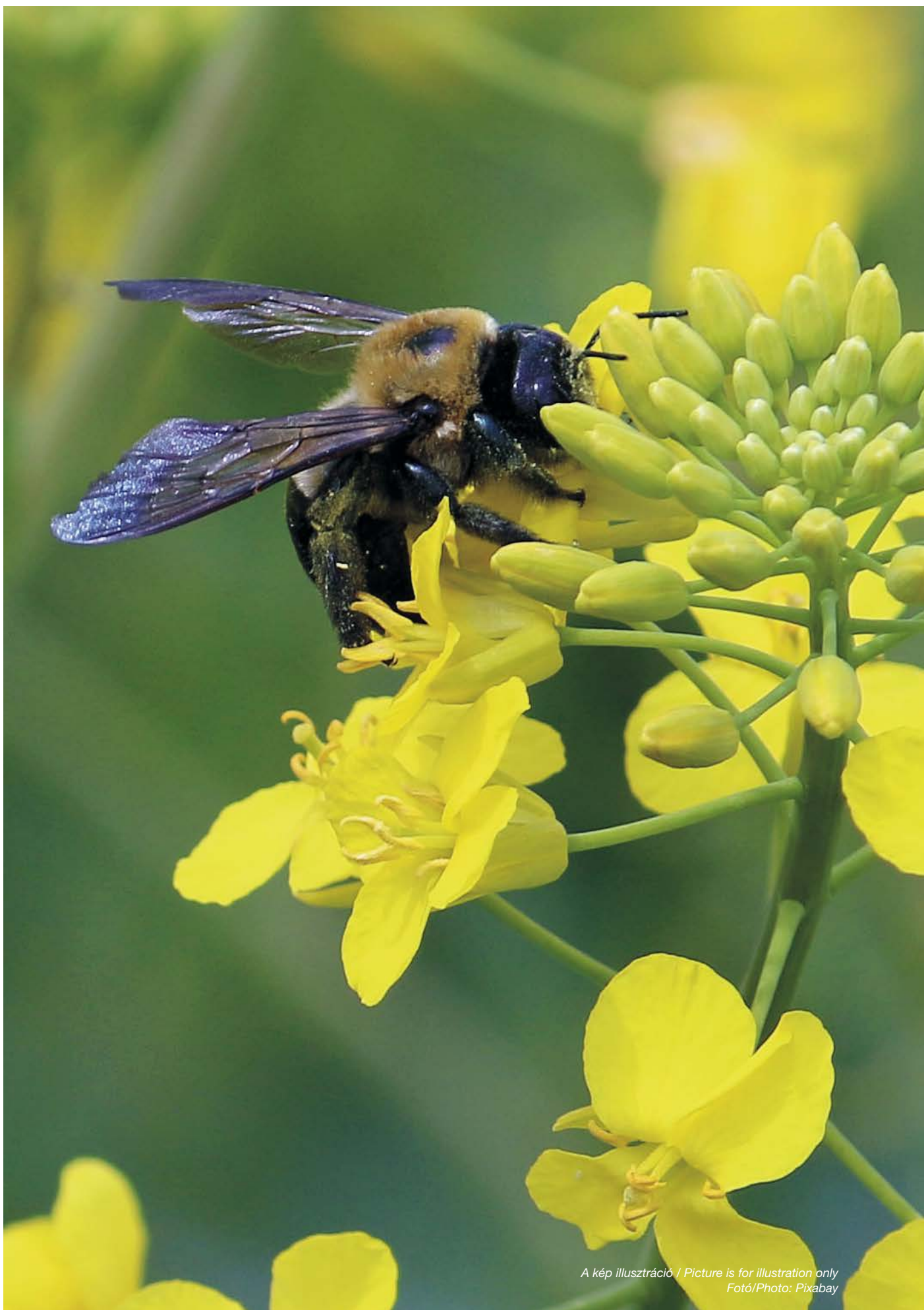
This paper presents some of the results of the research titled „Investigation of taste threshold distortion among the students of BBS”, a research that was funded by the 2016 Excellence Fund of the Budapest Business School.

## 6. References

- [1] Atkinson, R. L., Atkinson, R. C., Smith, E. E., Bem, D. J. (2003): *Pszichológia*, Osiris Kiadó, Budapest, ISBN: 9633894476
- [2] Breslin, P. A. S., Spector, A. C. (2008): Mammalian taste perception. *Current Biology*, 18. 4. R148-R155. <https://doi.org/10.1016/j.cub.2007.12.017> (Acquired: 12.01. 2017)

- [3] Breslin P. A.S. (2013): An evolutionary perspective on food and human taste. *Current Biology* 23. R409–R418, <http://dx.doi.org/10.1016/j.cub.2013.04.010> (Acquired: 12.01. 2017)
- [4] Csépe V., Győri M., Ragó A. (szerk.) (2007): *Általános pszichológia 1. - Észlelés és figyelem*, Osiris Kiadó, Budapest, ISBN: 9789633899182
- [5] Drewnowski, A. (1997): Taste preferences and food intake. *Ann. Rev. Nutr.*, 17. 237–253.
- [6] Grunberg, N. E. (1982): The effects of nicotine and cigarette smoking on food consumption and taste preferences. *Addict Behav.*, 7. 317–331.
- [7] Jacob, N., Golmard, J. L., Berlin, I. (2014): Differential perception of caffeine bitter taste depending on smoking status. *Chem. Percept*, (7)2: 47–55.
- [8] Laugette, F., Passilly-Degrace, P., Patris, B., Niot, I., Febbraio, M., Montmayeur, J. P., Besnard, P. (2005): CD36 involvement in orosensory detection of dietary lipids, spontaneous fat preference, and digestive secretions. *J. Clin. Invest.*, 115. 11. 3177–3184.
- [9] Lenkovics B., Fekete-Frojimovics Zs., Magyaré Horváth K. (2016): A Budapesti Gazdasági Egyetem vendéglátó és szálloda szakirányos hallgatóinak ízküszöbérték vizsgálata, In: Bíró L. és mtsai (szerk.): A 60 éves Magyar Táplálkozástudományi Társaság XLI. vándorgyűlése: Program és az előadások kivonatai. (ISBN:978-615-5606-02-1) Konferencia helye, ideje: Esztergom, Magyarország, 2016.10.06-2016.10.08. Magyar Táplálkozástudományi Társaság, Budapest, p. 42.
- [10] Lindemann, B., Ogiwara, Y., Ninomiya, Y. (2002) The discovery of umami. *Chem Senses*, 27. 9: 843–844.
- [11] MSZ ISO 3972:2014. Érzékszervi vizsgálat. Módszertan. Az ízérzékenység vizsgálati módszere. Sensory analysis. Methodology. Method of investigating sensitivity of taste. Magyar Szabványügyi Testület: <http://www.mszt.hu> (Acquired: 12.01. 2017)
- [12] MSZ ISO 8587:2014. Érzékszervi vizsgálat. Módszertan. Rangsorolás. Magyar Szabványügyi Testület: <http://www.mszt.hu> (Acquired: 12.01. 2017)
- [13] otszonline.hu (2014): Szag és ízérzékelési zavarok az alapellátásban. [http://www.otszonline.hu/cikk/szag\\_\\_es\\_izerzekelesi\\_zavarok\\_az\\_alapellatasban](http://www.otszonline.hu/cikk/szag__es_izerzekelesi_zavarok_az_alapellatasban) (Acquired: 07.12.2016)
- [14] Prescott, J., Ripandelli, N., Wakeling, I. (2001): Binary taste mixture interactions in PROP non-taster, medium-taster and super-taster. *Chem. Sense*, 26. 993–1003.
- [15] Reich, L. (1891): Apró közlemények. *Természettudományi Közöny.* XXIII. 265. 488–489.
- [16] Sekuler, R., Blake R. (2000): *Észlelés*. Osiris Kiadó, Budapest, ISBN: 9789633894118
- [17] Yackinous, C. A., Guinard J-X. (2000): Relation between PROP (6-n-propylthiouracil) taster status, taste anatomy and dietary intake measures for young men and women. *Appetite*, 38. 201–209.
- [18] Vincent, J. (2014): Coffee and cigarettes actually a terrible, not very tasty, combination, say scientists. *Independent News*, <http://www.independent.co.uk/news/science/cigarettes-and-coffee-are-actually-a-terrible-combination-say-scientists-9214709.html> (Acquired: 20.12.2016)
- [19] Walker, L. (2015): Factors influencing taste perception. [https://www.fona.com/sites/default/files/WhitePaper\\_Factors%20Influencing%20Taste%20Perception.pdf](https://www.fona.com/sites/default/files/WhitePaper_Factors%20Influencing%20Taste%20Perception.pdf) (Acquired: 17.04.2016)





A kép illusztráció / Picture is for illustration only  
Fotó/Photo: Pixabay

Ripka Géza<sup>1</sup>, Rónai Anna<sup>1</sup>

Érkezett: 2018. március – Elfogadva: 2018. május

## A háziméh és egyéb beporzó fajok védelmére irányuló intézkedések a növényvédelemben

**Kulcsszavak:** háziméh, beporzó szervezetek, növényvédelem, méhekre veszélyes növényvédő szerek, szinergizmus, dimetoát, klórpírifosz, acetamiprid, és a teriazol típusú gombaölő szerek

### 1. Összefoglalás

A magyar növényvédőszer-engedélyező hatóság, a Nemzeti Élelmiszerlánc-biztonsági Hivatal Növény-, Talaj- és Agrárkörnyezet-védelmi Igazgatósága (NTAI) újabb intézkedésekkel igyekszik biztosítani, hogy a növényvédő szerek előírászerű használata során a lehető legkisebb legyen a méheket és a többi beporzó szervezetet érő kockázat. Jelen cikk áttekintést ad a közelmúltban történt méhelhullások okairól és a beporzók védelmét szolgáló engedélyezési változásokról. A méhek védelmét szolgáló rendelkezések nemcsak a méhészetek gazdasági érdekeit szolgálják, hanem a növényvédő szerek maradványainak a mézekben való megjelenése miatt élelmiszerlánc-biztonsági kérdéseket is érint. A dimetoát felhasználásának korlátozása például számottevően csökkentette a mézek dimetoát-maradék szennyezettségét.

### 2. Bevezetés

A termesztett növényeket nagyszámú károsító veszélyezteti, pl. betegségeket okozó baktériumok és gombák, kártevő állatok és különböző gyomnövények. A gazdasági növények védelme érdekében kijuttatott növényvédő szereknek természetesen nemcsak a károsító fajokra van hatása, hanem a hasznos és közömbös, úgynevezett nem-cél szervezetekre is. Amióta a növényi károsítók visszaszorítására a növényvédő szerek használatban vannak, azóta aggályos, hogy a növényekre kijuttatott vegyi anyagok egészségkárosító hatást fejthetnek ki a háziméh és a vadméhek állományaira is. Sok növénykultúra gazdaságos és fenntartható termesztéséhez elengedhetetlen a méhek beporzó tevékenysége. A mezőgazdaságban közülük a háziméh vitathatatlanul a legfontosabb beporzó faj. A háziméhek jelentősége egyre nő, hiszen az utóbbi évtizedben Magyarországon növekszik a káposztarepce és a napraforgó vetésterülete, amelyek beporzásában fontos szerepet játszanak a méhek. Ezzel szemben a méhek számára fontos gyümölcsfajok termőterülete csökkenőben van [1].

Egy nemzetközi kormányközi testület, az IPBES (Intergovernmental Platform for Biodiversity and Ecosystem Services) 2016-ban hozta nyilvánosság-

ra a beporzók és a beporzás helyzetéről szóló első átfogó nemzetközi jelentését [2]. A dokumentum szerint a beporzásban résztvevő vad fajok száma és népessége Észak-Amerikában és Északnyugat-Európában csökkent. Számos vadméh- valamint lepkefaj veszélyeztetett státuszú. A beporzó közösségek változatosságában és gazdagságában észlelt kedvezőtlen tendenciák részben az intenzív mezőgazdasági művelés és a tájhasználat-változás rovására írhatók. Magyarországon a háziméh-populáció nem csökkent, a vadméhek esetében pedig nem állapítható meg egyértelmű trend; vannak fajok, melyek egyedszáma növekvőben van, míg mások populációi stagnálnak, vagy akár hanyatlanak.

### 3. A beporzó ízeltlábúak és a növényvédő szerek

A peszticidek fenntartható használatának elérését célzó 2009/128/EK irányelv, a növényvédő szerek forgalomba hozataláról valamint a 79/117/EGK és a 91/414/EGK tanácsi irányelvek hatályon kívül helyezéséről szóló 1107/2009/EK rendelet többek között azt a célt szolgálják, hogy a növényvédő szerek a környezet szempontjából biztonságosan legyenek felhasználhatók. A beporzó rovarok, így a méhek védelme érdekében az Európai Bizottság 485/2013/EU végrehajtási rendelete korlátozta a méhekre ve-

<sup>1</sup> NÉBIH Növény-, Talaj- és Agrárkörnyezet-védelmi Igazgatóság



széles neonikotinoid hatóanyagú rovarölő szerek, így az imidakloprid, klotianidin és tiametoxám hatóanyagú szerek használatát [3]. Az EU tagállamok az ilyen hatóanyagú szerek engedélyokiratát a rendelet értelmében 2013. szeptember 30-ig módosították, illetve 2018-ban további szigorítások történnek. Emellett a NÉBIH NTAI kiemelt figyelmet fordít a magyar méhegészségügyi helyzetre és nagy hangsúlyt fektet a növényvédő szerek használatából származó mindenemű – így a környezeti – kockázat csökkentésére [4].

A méhekre vonatkozó kockázatuk alapján természetesen nem minden növényvédő szerre lehetséges kockázatcsökkentő intézkedést foganatosítani. Ilyen vonatkozásban ugyanis a különböző hatóanyagok között jelentős a különbség. Vannak például olyan hatóanyagok, amelyek elfogadhatóan kis kockázatot/veszélyt jelentenek a háziméhekre, míg más hatóanyagok elfogadhatatlan kockázatot/veszélyt jelentenek a virágokat látogató fajokra. Ezen túlmenően vannak hatóanyagok, amelyek érintkezés esetén jelentős kontakt toxicitással rendelkeznek, de a növények felületén viszonylag gyorsan lebomlanak, míg más hatóanyagok hosszú időtartamú hatással rendelkeznek. A kontakt mérgezés mellett további kitettséget okoz, hogy a virágzó növényállományban kipermetezett növényvédő szer rákerül a virágporra és bekerülhet a nektárba is. A beporzó ízeltlábúak pedig ezekből táplálkoznak, ezeket gyűjtik és a lárvákat részben ezekkel táplálják.

A hatóanyagok méhtoxikológiai tulajdonságait (toxikológiai profilját) laboratóriumi, fél-szabadföldi és szabadföldi vizsgálatok alapján állapítják meg. Ezt az engedélyező hatóság a méhek és a többi beporzó rovar védelme érdekében kiemelten figyelembe veszi, továbbá a növényvédő szerek engedélyokiratában érvényesíti az elővigyázatosság elvét. A méhek által látogatott virágzó kultúrákban például a méhekre kifejezetten kockázatos növényvédő szer nem juttatható ki a virágzás időszakában, vagy abban az esetben sem, ha a kezelendő növényi kultúrát a méhek bármilyen más okból látogatják. Ilyen lehet a mézharaszt gyűjtése, a vízhordás a növény által kiválasztott folyadékcsseppekből, vagy akár a virágzó gyomok jelenléte. A hatóság korlátozásokat nemcsak a permetező szerek esetében ír elő, hanem például olyan csávázószer esetében is, amelyek felszívódó hatóanyaga megjelenhet a nektárban és a virágporban olyan mennyiségben, mely kockázatot jelent a méhekre nézve.

A méhek védelmének érdekében természetesen a jogszabályok megléte csak szükséges, de nem elégséges feltétel. Az előírások megvalósulása az üzemi gyakorlat során a növényvédelemért felelős szakemberek jogkövető magatartásán múlik.

Növényvédő szer okozta méhelhullások több okból történhetnek. Leggyakoribb ok a méhekre kockázatos/veszélyes szerrel virágzó növényállományban történt permetezés. Egy másik eset az, amikor a

permet a kezelt tábláról a szomszédos vagy közeli virágzó növényállományra sodródik el. Egy másik veszély lehet vetéskor a csávázott mag felületéről leváló csávázószer porral érintkező méhek mérgeződése. A méhek és poszméhek testét és végtagjait ugyanis sűrű szőrzet borítja, amelyen nagymennyiségű virágpor, esetleg csávázószer por tapadhat meg. Szántóföldi és kertészeti kultúrákban is előfordul, hogy maga a permetezett, termesztett növény nem virágzik, viszont közte virágzó gyomnövények találhatók, amelyeket beporzó rovarok (pl. poszméhek, méhek, darazsak, legyek, lepkék) látogatnak. Ilyen esetben nagy a kockázata a beporzók károsodásának. Végül ismert az az eset is, amikor a méhek nemcsak a lepermetezett növény virágjából (virágpor, nektár), hanem a lombzat felszínén lévő szennyezett vízcseppből, kukoricaszár és levélhüvely által bezárt részben összegyűlt eső- vagy öntöző vízből, harmatból, a növény által kiválasztott guttációs folyadékból, esetleg a kezelt tábla talaján összegyűlt tócsából veszik fel a növényvédő szert. Nem kevés szipókás rovar (pl. levéltetvek, pajzstetvek, levélbolhák) mézharasztot (édes harmatot) választ ki, mely ragacos bevonatot képez a növény felületén. Ezt a szénhidrátban gazdag váladékot nemcsak hangyafajok, hanem a háziméh is előszeretettel gyűjti. A mézharasztal borított növényállományt is méhek által látogatott kultúrának kell tekinteni. Ebben az esetben a növényvédelmi tevékenység során tehát ugyanolyan előírásokat kell betartani, mintha a kultúra virágozna. Pollenforrásként – különösen a pollenszegény időszakban – a kukoricát, a szőlőt, a burgonyát és a kalászosokat is számításba kell venni.

Hosszú évek tapasztalata alapján a tavasz a méhelhullások szempontjából legkritikusabb időszak, ezen belül a gyümölcsfák, a repce és a mustár virágzási időszaka (rendszerint április). A méhek növényvédő szereknek való kitettsége ilyen tájban a legnagyobb. Egy másik kulcsidőszak a napraforgó virágzásának időszaka (általában június vége-augusztus eleje). Ezekben az időszakokban úgy a gyümölcsfélékben, mint a szántóföldi kultúrákban feltűnnek olyan károsítók, amelyek ellen védekezni szükséges. A növényvédelmet irányító szakemberek felelőssége az, hogy a védekezés megfelelő időpontban és olyan növényvédő szerrel történjen, amelynek előírászerű felhasználása várhatóan nem jelent elfogadhatatlan kockázatot a beporzó rovarokra.

A növényvédelmi munkák során azonban nemcsak a termesztett kultúra fenológiai állapotát, hanem a közelében lévő más virágzó növényállományt is figyelembe kell venni, mivel a méhek gyakran azt látogatják. Nem ritka, hogy szántóföldi növények tábláit virágzó lágyszárú növények és cserjék (pl. kökény, fekete bodza), fasorok, mezővédő erdősávok (pl. fehér akác) szegélyezik. Gyümölcs- és szőlő ültetvények esetében pedig a sorközöket boríthatják virágzó, méhek által látogatott növények (pl. gyermekláncfű, árvacsáln, fehér here, veronikafajok). A tavaszi és a nyári időszakban a táblaszegélyeken levő növénye-

ket virágzáskor nagyszámú beporzó rovar keresi fel. Az ebben az időszakban időszerű növényvédelmi munkák (rovarölő, gombaölő, gyomirtó szerrel végzett állománypermetezések) során kiemelt figyelmet kell fordítani arra, hogy a szomszédos növényállományban (pl. repce-, gabonátábla) végzett állománypermetezés során ne kerülhessen méhekre kockázatos vagy veszélyes növényvédő szer a virágzó táblaszegélyre. Virágzó táblaszegély mellett a rovarölő szerek közül csak a méhekre nem jelölésköteles (nem veszélyes) és a méhkímélő technológiával kijuttatható szereket szabad használni. A permetezéseket úgy kell végrehajtani, hogy a növényvédő szerek engedélyokiratában feltüntetett, a nem-cél rovarok védelmében meghatározott védőtávolságot betartva, akár elsodródást csökkentő szórófejjel kombinálva a permet ne sodródjon el a kezelt kultúráról más növényzetre. Mindemellett a nitrogénmegkötő, az ökológiai jelentőségű másodvetésű növényvel hasznosított területeken lehetőség szerint kerülni kell a beporzó rovarokra kockázatos vagy veszélyes növényvédő szerek alkalmazását.

Csávázott magvak vetésekor, a csávázószer tartalmú por elsodródásának megelőzésére pneumatikus vetőgépeken deflektor használata kötelező, amely a leporló anyagot egy csővezetéken keresztül a talajra irányítja.

#### 4. Méhmérgezők növényvédelmi vonatkozásai a hatóság szemszögéből

A továbbiakban az Agrofórum című lap 29. évfolyam 4. számában megjelent cikkhez készült anyagból idézzük, bővített formában [5].

A tavaszi időszakban a növényvédelmi munkák során kiemelt figyelmet kell szentelni a méhek és az egyéb beporzó rovarok megóvására a rájuk nézve veszélyes vagy kockázatos növényvédő szerek használatakor. A cél az, hogy ne kerülhessen méhekre kockázatos vagy veszélyes növényvédő szer a gyűjtést végző rovarok számára vonzó virágzó növényekre.

Sajnálatos módon minden évben előfordulnak helytelen növényvédelmi technológiából adódó méhmérgezők. Ezek száma évről évre változó, de országosan évente hozzávetőlegesen 25 és 45 esetet jelentenek be. A méheket károsító egyéb körülmények által okozott méhpusztulásokhoz képest ezek az esetszámok szerencsére kicsinek számítanak, de annak a méhésznek, akit a pusztulás érintett, komoly gazdasági veszteséget okoztak, hiszen a károk nemcsak az állatok pusztulását, a családok gyengülését, hanem elmaradó árbevételt is okoztak.

#### 5. Hatósági eljárásrend méhmérgezés esetén

A növényvédelmi munka következtében bekövetkező méhmérgezést a méhésznek a területileg illetékes megyei kormányhivatal felé haladéktalanul jelentenie kell. A bejelentés alapján a hatóság hivatalból indít vizsgálatot a méhpusztulás ügyében. A Nemzeti Élelmiszerlánc-biztonsági Hivatal (NÉBIH) „Eljárásrend a vélhetően növényvédelmi tevékenység következményeként történt méhmérgezők kivizsgálására” című útmutató kiadása (2012 november) [11] óta a megyei kormányhivatalokban dolgozó hatósági állatorvosok és növényvédelmi felügyelők együtt vizsgálják ki a hatósághoz bejelentett eseteket. Ennek során a méhmérgezést vizsgáló bizottság az állatorvos a



A kép illusztráció / Picture is for illustration only  
Fotó/Photo: Shutterstock



méhegészségügyi felelős segítségével mintát vesz a méhhullákból és felméri a veszteségeket. Méhészenként két minta vételére kerül sor, állategészségügyi vizsgálatok és növényvédőszer-analízis céljából. Ezt követően a növényvédelmi felügyelő legalább 3 km-es körzetben feltérképezi a környéken található, méhek által látogatott (virágzó) kultúrákat, és a területekről virágmintát vesz. Amennyiben az érintett körzetben méhhullák is fellelhetők, azokat a többi méhmintától elkülönítve ugyancsak begyűjti.

A mintákat a NÉBIH Állategészségügyi Diagnosztikai Igazgatósága (ÁDI) valamint a NÉBIH Növény-, Talaj- és Agrárkörnyezet-védelmi Igazgatósága (NTAI) növényvédőszermaradék-analitikai laboratóriumai dolgozzák fel. A szermaradék-analitikai laboratóriumokban a méh illetve növényi mintákat több, mint 200 jelenleg is használható, illetve már kivont növényvédőszer-hatóanyagra vizsgálják, az inszekticidek mellett herbicid és fungicid vegyületekre is.

A méhpusztulási ügghöz kapcsolódó méhegészségügyi és szermaradék jegyzőkönyvek összegzését és elemzését az ÁDI és a NÉBIH NTAI Vízélettani Laboratóriuma végzi. Az összefoglaló jelentések elkészítéséhez alapot nyújtanak a hatósági növényvédőszer-értékelés környezeti modelljei, valamint a hatóság saját szermaradék vizsgálati adatai. A méhminták toxikológiai elemzésekor kiderítik, hogy a mintákban talált növényvédő szer, vagy biocid hatóanyag káros hatással lehet-e a kijáró méhekre. Szükség esetén a kaptárból vételezett virágpor- és nektármintákat is elemzik.

A növényi minták elemzésekor a hatóság az analitikai vizsgálat eredményei alapján dönti el, hogy a jegyzőkönyvben meghatározott, virágzó fenológiai állapotban mintázott kultúra szermaradék-tartalma szabályos vagy szabálytalan kijuttatásra utal-e. A szabályos növényvédőszer-felhasználás – az EU-s növényvédő szer értékelési és engedélyezési eljárás alapján – nem jelenthet elfogadhatatlan méhtoxikológiai kockázatot. E követelményt úgy kell értelmezni, hogy a kijuttatott növényvédő szer hatóanyaga csak elhanyagolható mértékben ronthatja az érintett méh-

családok egyézségi állapotát. Ugyanez érvényes a vadméhekre, a poszméhekre és a magányos méhekre is. Szabálytalan növényvédelmi technológia megállapításához, illetve szankciók kiszabásához elegendő annak megállapítása, hogy egy hatóanyag nem engedélyezett a kezelt kultúrában, vagy maradékanyagainak mennyisége a várható szintet jelentősen meghaladja. Az utóbbi eset gyakran előfordul, mikor a szerfelhasználásra előírt fenológiai korlátozásokat figyelmen kívül hagyják. Ugyancsak szabálytalan kijuttatásnak minősül, amikor a növényvédő szer elsodródásának megelőzésére nem teszik meg a szükséges intézkedéseket. A mulasztás különösen súlyos, ha a kezelt tábla környékét virágzó növények borítják, pl. virágzó fehér akácsor van a kezelt tábla közelében.

Az új méhmérgezési eljárásrend koordinálja az egyes hatóságok és laboratóriumok tevékenységét, együttműködésre kötelez. A gyakorló méhészek évről-évre egyre nagyobb számban tesznek bejelentést a hatóság felé segítséget kérve az elszennvedett károkért, bár még mindig csak az esetek egy része kerül a hatóság látókörébe. Előfordul, hogy a vitázó felek a jó viszony fenntartása érdekében inkább a közvetlen megegyezést választják, a hatóság bevonása nélkül.

#### 6. Növényvédő szermaradék adatbázis

A méhpusztulási ügyeket összefoglaló értékelések elkészítéséhez a hatóságnak olyan adatokra van szüksége, melyek alapján eldönthető, hogy a virágzáskor, az eljárásrend szerint vett növényi minta szermaradék-tartalma szabályos – tehát az engedélyokiratnak megfelelő –, vagy attól eltérő technológiára utal.

A NÉBIH az előírás szerinti technológia mellett megjelenő szermaradék szint meghatározása érdekében, a méhpusztulások eljárásrend szerinti értékeléséhez 2013-ban 13 megyében szabadföldi kísérleteket állított be hat, a méhek számára attraktív kultúrában (őszi káposztarepce, napraforgó, kukorica, cseresznye, meggy és alma), 7 rovarölő permetezőszerrel és 11 rovarölő csávázószerrel, amelyek hatóanyagait a leggyakrabban mutatták ki az esetek kivizsgálása-

kor gyűjtött méhhullákban. Az eredményekről készült összefoglaló a Növényvédelem c. szakfolyóiratban jelent meg [6].

A tanulmány célja a méhmérgezések értékelése szempontjából az volt, hogy olyan szermaradék referenciaértékeket állapíthassanak meg, melyek szabályos kezelés mellett jellemzik a virágzó kultúrából vett minták növényvédő szermaradék-tartalmát. Vagyis, amennyiben az adott minta szermaradék tartalma a méhekre veszélyes hatóanyag tekintetében jelentősen meghaladja a referencia tartományt, arra utal, hogy a növényvédelmi kezeléseket szabálytalan technológiával (az engedélyezettől nagyobb dózisban, vagy későbbi fenológiai stádiumban) végezték.

A vizsgálatok egyúttal arra is lehetőséget adnak, hogy objektív alapként szolgáljanak egyes növényvédő szer engedélyokiratok esetleges módosításához.

#### 7. A méhmérgezési ügyek kivizsgálásának tapasztalatai 2013-2017-ig

A hatóságokhoz bejelentett méhmérgezési esetek kapcsán a hatóság a növényi minták szermaradék-analitikai eredménye alapján 2013-2017 között számos növényvédelmi technológiai hibát tárt fel, amelyek akár komoly mérgezések forrásai lehettek úgy a háziméhek, mint a vadon élő beporzó szervezetek esetében is.

Technológiai hibák – nem engedélyezett készítmények felhasználása [5]:

- Diazinon virágzó meggyültetvényben (1 eset);
- Bifentrin repcében (1 eset);
- Dimetoát virágzó alma aljnövényzetében (1 eset);
- Dimetoát almavirágban (5 eset);
- Dimetoát szilvavirágban (1 eset);
- Dimetoát szilva virágzó aljnövényzetében (1 eset);
- Dimetoát meggyvirágban (1 eset);
- Dimetoát olajretekben (1 eset);
- Dimetoát virágzó napraforgóban (1 eset);
- Dimetoát kukorica címerben (1 eset);
- Dimetoát szőlőben (1 eset);
- Klórpírifosz almavirágban (10 eset);
- Klórpírifosz cseresznyevirágban (1 eset);
- Klórpírifosz szilvavirágban (1 eset);
- Klotianidin/tiametoxám almavirágban (16 eset);
- Klotianidin/tiametoxám kukoricában (6 eset);
- Imidakloprid olajretek mintában (1 eset);

A 2013 óta, az elmúlt öt év alatt 50 esetben a laboratórium olyan hatóanyagot detektált a növényi mintákban, mely az adott kultúrából – egyes esetekben már az európai uniós növényvédő szer hatóanyag pozitív listáról is kivonásra került. Az egyik gyakori ilyen típusú hiba a dimetoát hatóanyagú készítmények nem megfelelő alkalmazása. A dimetoát hatóanyagú készítmények korábban széles körben és számos

kultúrában voltak felhasználhatóak, azonban ez alapjaiban megváltozott. A hatóanyag jelenleg kizárólag cukorrépa, dohány, fejes káposzta, fokhagyma, mogoróhagyma, vörshagyma kultúrákban alkalmazható. Az intézkedéseknek köszönhetően a méhek dimetoát-szennyezettsége jelentősen csökkent, vélhetően a csonthéjas és almatermésű növényeket érintő korlátozás miatt.

A közelmúltban a klórpírifosz hatóanyagú készítmények engedélyokiratait is több alkalommal módosították, amelyek következtében a hatóanyag felhasználását számos kultúra esetében megtiltották. Jelenleg a legtöbb gyümölcskultúrában már nem alkalmazható, mint például az almában sem. Miután a méhhullákban a klórpírifosz az egyik leggyakrabban azonosított hatóanyag, készítményeinek engedélyezési körülményeire alább még visszatérünk.

A 2013-ban bevezetett korlátozások szerint a méhekre kifejezetten veszélyes neonikotinoid (imidakloprid, klotianidin, tiametoxám) hatóanyagú készítményekkel történő permetezés méhek számára vonzó kultúrákban virágzás előtt tilos. Ennek következtében a például almavirág mintában talált klotianidin/tiametoxám szermaradék egyértelmű jogsértésre utal. A növényvédelmi hatóság öt év alatt 16 ilyen esetet tárt fel.

A kukorica vetőmagcsávázását, illetve a kukorica állománykezelését is korlátozták a fenti hatóanyagok használatával. A hatóság a korlátozást követő időszakban 6 esetben indított eljárást a kukorica címerben a mérési határ felett kimutatott klotianidin/tiametoxám szermaradékok alapján.

Technológiai hibák – növényvédő szer elsodródása méhek számára vonzó egyéb növényekre [5]:

- Cipermetrin gyümölcsös virágzó aljnövényzetében (9 eset);
- Klórpírifosz gyümölcsös virágzó aljnövényzetében (16 eset);
- Klórpírifosz virágzó táblaszélén, ruderalián (3 eset);
- Klotianidin virágzó ruderalián (1 eset);
- Klotianidin/tiametoxám gyümölcsös virágzó aljnövényzetében (8 eset);
- Lambda-cihalotrin virágzó táblaszélén, ruderalián (2 eset);
- Klórpírifosz akácvirágban (2 eset);
- Dimetoát selyemkóró virágban (2 eset);

Az egyik leggyakrabban tapasztalt hiba, hogy a termelő nincs tekintettel arra, hogy a kezelt terület, vagy környezetét méhek által látogatott virágzó gyomok borítják. A hatóság öt év alatt összesen 43 esetben talált méhekre kifejezetten veszélyes hatóanyagot a virágzó aljnövényzetben vagy ruderaliákon annak ellenére, hogy a jogszabály úgy rendelkezik, hogy a gazdasági növény kezelése ilyen szerekkel tilos, amennyiben a területet a méhek valamilyen okból látogatják (43/2010. FVM rendelet) [10].



A kép illusztráció / Picture is for illustration only  
Fotó/Photo: Pixabay



Technológiai hibák – nem megfelelő technológia alkalmazása [5]:

- Magas cipermetrin szint almavirágban (1 eset);
- Magas cipermetrin szint repcevirágban (7 eset);
- Magas klórpirifosz szint repcevirágban (6 eset);
- Magas klórpirifosz szint almavirágokban (10 eset);
- Magas klórpirifosz szint olajretekben (1 eset);
- Magas klórpirifosz szermaradék szint kukorica címerben (1 eset);

A vizsgált 5 évben 26 esetben állapították meg, hogy a kultúrában talált növényvédő szer hatóanyag mennyisége alapján a kijuttatás vagy megkésve (tehát már virágzásban), vagy az engedélyokiratban meghatározottaktól eltérő, indokolatlanul nagy dózisban történt [6].

A fent részletezett technológiai vétségeknek természetesen pénzügyi következményei is vannak. A növényvédelmi hatóságnak a növényi minta tulajdonosa ellen – amennyiben annak szermaradék-tartalma gyanúra ad okot – el kell járnia. Ha a jogsértést bizonyítani lehet, akkor az eljárásban növényvédelmi vagy élelmiszerlánc-felügyeleti bírság kiszabására kerülhet sor, melynek összege – a jogsértés természetétől és súlyosságától függően 15 000 és 150 000 000 Ft között változik.

Az ilyen és ehhez hasonló vétségek elkerülése érdekében célszerű folyamatosan figyelemmel kísérni a NÉBIH honlapján közzétett, az aktuális korlátozásokról kiadott tájékoztatóit, ezen túlmenően pedig minden permetezés előtt át kell tanulmányozni a készítmények címkéin feltüntetett adatokat, amelyek alapján eldönthető, hogy a terméket az adott kultúrában szabad-e használni, vagy sem.

#### 8. A klórpirifosz hatóanyagú készítmények engedélyokirataiban történt változások

Az Európai Unió Növényekkel, Állatokkal, Élelmiszerekkel és Takarmánnyal foglalkozó Állandó Bizottsága (Standing Committee on Plants, Animals, Food and Feed – SCoPAFF) 2017. november 22-én fogadta el a klórpirifosz hatóanyagra vonatkozó növényvédő-szer-maradék határértékek (Maximum Residue Level – MRL) felülvizsgálati jelentését. Ezzel párhuzamosan a fogyasztói kockázatok értékelését figyelembe véve módosítani kellett egyes termékek vonatkozásában az MRL értékeket. A megváltozott határértékek bevezetése következtében a hazánkban engedélyezett klórpirifosz tartalmú növényvédő szerek engedélyokiratait az engedélyező hatóság felülvizsgálta és elvégezte a szükséges módosításokat. A döntés a következő készítményeket érinti:

- A Cyren EC készítmény engedélyokiratából törölték a *birsben*, *naspolyában*, *borszőlőben* és *üres raktárakban* történő felhasználások, továbbá a *kukorica* és *napraforgó* kultúrákban az állománykezelés céljára történő felhasználás engedélyét. Ennélfogva *kukoricában* és *napraforgóban* vetés után a készítmény nem használható fel;

- A Dursban 480 EC engedélyokiratából törölték a *birs*, *borszőlő*, *takarmány*-, *siló*- és *csemegekukorica* kultúrákban való alkalmazást;
- A Dursban Delta CS engedélyokiratából a *borszőlő* és a *kukorica* kultúrákat törölték;
- A Kentaur 5 G engedélyokiratából törölték a *burgonyában* való alkalmazást;
- A Nurelle-D 50/500 EC felhasználási engedélyét *borszőlőben* visszavonták;
- A Pyrinex 25 CS felhasználási engedélyét *borszőlőben* és *kukoricában* törölték;
- A Pyrinex 48 EC felhasználási engedélyét *birsben*, *naspolyában* és *borszőlőben* visszavonták. *Kukoricában kizárólag magvetéskor illetve vetés előtt használható fel*;
- A Pyrinex Supreme engedélyokiratából a *kukoricában* történő felhasználást törölték;

Az engedélyokiratok egyéb előírásai nem változnak. A fentebb felsorolt korlátozások 2018. január elsejétől érvényesek [7]. A készítmények módosított engedélyokiratait a NÉBIH Növényvédő szerek adatbázisában érhetők el a NÉBIH honlapján keresztül [8]. A zöldítés céljából vetett növények termesztése során is kötelező az előírások pontos betartása [9].

#### 9. A szinergizmus kérdése

Nemzetközi illetve hazai méhtoxikológiai vizsgálatok eredményei arra mutatnak, hogy az egyébként méhekre nem jelölésköteles készítményekben megtalálható acetamiprid hatóanyag egyes triazol típusú gombaölő hatóanyagokkal együtt felhasználva, azokkal szinergizálva, a méhekre és egyéb beporzó szervezetekre nagyobb kockázatot jelent, mint csak önmagában kipermetkezve. Erre való tekintettel a magyar növényvédőszer-engedélyező hatóság módosításokat vezetett be e készítmények engedélyokirataiban. A változás lényege, hogy az acetamiprid hatóanyagú készítményeket tebukonazol hatóanyaggal együtt csak méhkímélő technológiával szabad kijuttatni, vagyis a permetezés ilyen kombináció esetén kizárólag a háziméhek napi aktív repülésének befejezését követően, legkorábban a csillagászati naplemente előtt egy órával kezdhető meg és legkésőbb 23 óráig tarthat. Más hasonló kombinációk értékelése folyamatban van.

#### 10. Következtetés, ajánlás

A növényvédő szerek hatóanyagainak megítélése a legújabb kutatási eredményeknek köszönhetően folyamatosan változik, melynek következtében a készítmények felhasználási előírásai időről-időre módosulhatnak. Ebből az okból célszerű folyamatosan figyelemmel kísérni a szakterületet érintő rendeletek, ajánlások naprakész változatainak anyagát, ezen túlmenően pedig érdemes folyamatos kapcsolatot tartani a növényvédelemben érdekelt és a méhészeti ágazatban dolgozó szakemberek között, hiszen a lehető legbiztonságosabb növényvédelem és az egészséges agrárkörnyezet biztosítása közös nemzeti érdekünk.

1. táblázat. Kivizsgált méhmérgezési ügyek adatai 2013 és 2017 között  
Table 1 Data of the bee honey poisoning cases investigated between 2013 and 2017

	2013	2014	2015	2016	2017
Méhpusztulás bejelentések száma / No. of bee death notifications	41	66	38	28	34
Méhminták száma / No. of bee samples	58	128	59	38	62
Növényi minták száma / No. of plant samples	146	232	158	97	125
Méhekre veszélyes rovarölő hatóanyagot tartalmazó méhminták száma No. of bee samples containing insecticide active substances harmful to bees	23	110	17	13	27
Kifogásolt növényi minták száma No. of objectionable plant samples	11	62	8	22	24
Összeköthető / Connections found	3	24	3	1	7

2. táblázat. Mérgezési esetek száma a méhmintákból kimutatott rovarölő hatóanyagokra lebontva 2013 és 2017 között  
Table 2 No. of poisoning cases between 2013 and 2017 broken down by insecticide active substances detected in the bee samples

Hatóanyag / Active substance	Méhminták száma / No. of bee samples				
	2013	2014	2015	2016	2017
klórpirifosz / chlorpyrifos	14	80	9	10	10
klotianidin/tiametoxám / clothianidin/thiamethoxam	19	30	3	2	18
dimetoát / dimethoate	3	14	1	2	2
diazinon / diazinon	0	3	0	0	0
cipermetrin / cypermethrin	2	2	1	0	6
klórpirifosz-metil / chlorpyrifos-methyl	0	2	1	2	1
teflutrin / tefluthrin	1	0	0	0	0
fipronil / fipronil	1	58	1	0	0
tetrametrin / tetramethrin	0	1	0	0	2
szulfotep / sulfotep	0	0	1	0	0
endoszulfán / endosulfan	0	0	0	1	0
diklórfosz / dichlorvos	0	0	0	1	0



A kép illusztráció / Picture is for illustration only  
Fotó/Photo: Shutterstock



3. táblázat. A méhpusztulások kapcsán vett növényi mintákból kimutatott rovarölő hatóanyagok 2013 és 2017 között  
Table 3 Insecticide active substances detected in plant samples taken in connection with bee deaths between 2013 and 2017

Hatóanyag Active substance	2013		2014		2015		2016		2017	
	Min-ták száma No. of samples	Kifogásolható Objectio-nable	Min-ták száma No. of samples	Kifogásolható Objectio-nable	Min-ták száma No. of samples	Kifogásolható Objectio-nable	Min-ták száma No. of samples	Kifogásolható Objectio-nable	Min-ták száma No. of samples	Kifogásolható Objectio-nable
alfametrin alphamethrin	0	0	4	0	0	0	2	2	4	0
bifentrin bifenthrin	1	1	0	0	0	0	0	0	0	0
cipermetrin cypermethrin	6	2	28	9	1	1	0	0	12	8
deltametrin deltamethrin	0	0	1	0	2	0	1	1	1	0
diazinon diazinon	1	1	0	0	0	0	0	0	0	0
dimetoát dimethoate	0	0	8	8	2	1	3	3	2	2
eszfenvalerát esfenvalerate	0	0	2	0	0	0	0	0	0	0
fipronil fipronil	0	0	23	23	0	0	0	0	0	0
imidakloprid imidacloprid	0	0	0	0	1	1	0	0	2	2
indoxakarb indoxacarb	3	0	3	0	3	1	2	0	3	1
klórpirifosz chlorpyrifos	12	4	83	22	16	2	17	12	34	16
klórpirifosz-metil chlorpyrifos-methyl	0	0	5	0	0	0	5	1	3	1
klotianidin/ tiametoxám clothianidin/ thiamethoxam	10	5	23	21	5	4	0	0	8	5
lambda-cihalotrin lambda-cyhalothrin	6	0	7	0	5	0	6	1	7	5
pirimikarb pirimicarb	0	0	8	0	0	0	3	2	0	0

## 11. Irodalom

- [1] A fontosabb növények vetésterülete, 2017. június 1. KSH Statisztikai Tükör. <https://www.ksh.hu/docs/hun/xftp/gyor/vet/vet1706.pdf> (Hozzáférés: 2018. 03. 23.)
- [2] IPBES (2016): Summary for policymakers of the assessment report of the Intergovernmental Science-Policy Platform on Biodiversity and Ecosystem Services on pollinators, pollination and food production. S.G. Potts, V. L. Imperatriz-Fonseca, H. T. Ngo, J. C. Biesmeijer, T. D. Breeze, L. V. Dicks, L. A. Garibaldi, R. Hill, J. Settele, A. J. Vanbergen, M. A. Aizen, S. A. Cunningham, C. Eardley, B. M. Freitas, N. Gallai, P. G. Kevan, A. Kovács-Hostyánszki, P. K. Kwabong, J. Li, X. Li, D. J. Martins, G. Nates-Parra, J. S. Pettis,

R. Rader, B. F. Viana (eds.). pp 1–28. viewed and downloaded at [www.ipbes.net](http://www.ipbes.net) (Hozzáférés: 2018. 03. 04.)

- [3] Anonim (2013): A Bizottság 485/2013/EU végrehajtási rendelete (2013. május 24.) az 540/2011/EU végrehajtási rendeletnek a klotianidin, a tiametoxám és az imidakloprid hatóanyag jóváhagyási feltételei, valamint az e hatóanyagokat tartalmazó növényvédő szerrel kezelt vetőmagok használatának és értékesítésének tilalma tekintetében történő módosításáról. Az Európai Unió Hivatalos Lapja I. 139: 12–26.
- [4] Gábrriel G., Tóthné Lippai E. (szerk. 2013): Nemzeti Növényvédelmi Cselekvési Terv 2012. NÉBIH Növény-, Talaj- és Agrárkörnyezet-védelmi Igazgatóság. Budapest, 58 pp.

- [5] Rónai A. K., Nagyné Sipos A. (2018): Méh-mérgezések növényvédelmi vonatkozásai a hatóság szemszögéből. Agroforum, 29 (4): 34–36.
- [6] Ripka, G., Repkényi, Z., Griff, T., Dienes, D., Vásárhelyi, A. (2015): The results of analytical residue studies on certain insecticides applied in flowering crops. (Virágzó növénykultúrákban végzett rovarölő szermaradék-analitikai vizsgálatok 2013. évi eredményei.) Növényvédelem, 51 (4): 167–182.
- [7] [www.facebook.com/nebih.hu; http://portal.nebih.gov.hu/-/tovabb-korlatozodik-a-klorpirifosz-tartalmu-novenyvedo-szerek-felhasznalasa](http://portal.nebih.gov.hu/-/tovabb-korlatozodik-a-klorpirifosz-tartalmu-novenyvedo-szerek-felhasznalasa) (Hozzáférés: 2018. 03. 04.)
- [8] [www.facebook.com/nebih.hu; https://novenyvedoszer.nebih.gov.hu/Engedelykereso/kereso](https://novenyvedoszer.nebih.gov.hu/Engedelykereso/kereso) (Hozzáférés: 2018. 03. 04.)

- [9] [www.facebook.com/nebih.hu; http://portal.nebih.gov.hu/-/zolditeskor-ugyeljunk-a-beporzo-rovarokra-](http://portal.nebih.gov.hu/-/zolditeskor-ugyeljunk-a-beporzo-rovarokra-) (Hozzáférés: 2018. 03. 04.)
- [10] 43/2010. (IV. 23.) FVM rendelet a növényvédelmi tevékenységről. <https://net.jogtar.hu/jogszabaly?docid=a1000043.fvm> (Hozzáférés: 2018. 03. 04.)
- [11] Eljárásrend a vélhetően növényvédelmi tevékenység következményeként történt méh-mérgezések kivizsgálására. Belső használatra kiadott útmutató, Nemzeti Élelmiszerlánc-biztonsági Hivatal (NÉBIH). 2012. 11. 1.



**Akadályozza meg a termék visszahívásokat, óvja meg terméke védjegyét!**

Az alábbi egyszerű megoldásokkal emelheti a higiénia szintjét:



### UltraSnap

Ellenőrizze a felületek tisztaságát 15 másodperces UltraSnap ATP tesztel!



### MicroSnap tesztek

MicroSnap total teszt - 7 órás összcsíraszám meghatározás, lehetővé teszi a javító intézkedések gyorsabb elrendelését, a késztermék gyorsabb felszabadítását.



### AllerSnap

Hygiena színtesztjével fehérje maradványok kimutatásával a felületeken maradt allergéneket vizsgálhatjuk.



### InSite Listeria

Mutassa ki a listeria törzseket vagy a Listeria monocytogenes egyetlen színtesztrel felületi mintákból!



[www.bentleylabor.hu](http://www.bentleylabor.hu)

Bentley Magyarország Kft.  
8000 Székesfehérvár, Kálmos utca 2.  
[hungary@bentleyinstruments.com](mailto:hungary@bentleyinstruments.com)  
Tel.: +36 22 414 100



Leaders in Food Safety Testing



Géza Ripka<sup>1</sup>, Anna Rónai<sup>1</sup>

Received: March 2018 – Accepted: May 2018

# Measures for the protection of honey bees and other pollinating species in plant protection

**Keywords:** honey bee, pollinating organisms, plant protection, pesticides harmful to bees, synergism, dimethoate, chlorpyrifos, acetamiprid, triazole type fungicides

## 1. Summary

The Hungarian pesticide authorization authority, the Directorate of Plant Protection, Soil Conservation and Agri-environment of the National Food Chain Safety Office (NÉBIH NTAI) strives to ensure with new measures that the risk to bees and other pollinating organisms is minimized during the proper use of pesticides. This article provides an overview of the causes of recent bee deaths and of the authorization changes intended for the protection of pollinators. Bee protection measures serve not only the economic interests of beekeepers, but they also deal with food chain safety issues due to the appearance of pesticide residues in honey. For example, limiting the use of dimethoate has considerably reduced the dimethoate residue contamination of honey.

## 2. Introduction

Cultivated plants are endangered by a large number of harmful organisms, for example, disease-causing bacteria and fungi, pests and various weeds. Of course, the plant protection agents applied for the protection of commercial crops affect not only harmful species, but also beneficial and indifferent, so-called non-target organisms. Ever since pesticides has been used to control pests, it has been a cause for concern that chemicals applied to plants may have health-damaging effects on honey bees and wild bees. The pollinating activity of bees is indispensable for the economical and sustainable cultivation of many crops. In agriculture, the honey bee is undoubtedly the most important pollinating species. The importance of honey bees is increasing continuously, since the growing area of oilseed rape and sunflower in Hungary has been increasing over the last decade and bees play an important role in their pollination. In contrast, the growing area of fruit species important to bees has been decreasing [1].

The international intergovernmental body, IPBES (Intergovernmental Platform for Biodiversity and Ecosystem Services) published its first comprehensive

international report on the status of pollinators and pollination in 2016 [2]. According to the document, the number and population of wild species involved in pollination has decreased in North America and Northwest Europe. Many wild bee and butterfly species are endangered. The unfavorable trends observed in the diversity and richness of pollinating communities are partly due to intensive agricultural cultivation and changes in land use. In Hungary, the honey bee population has not decreased, and there is no clear trend in the case of wild bees; there are species whose numbers are growing, while the populations of others are stagnating or even declining.

## 3. Pollinating arthropods and pesticides

The goal of Directive 2009/128/EC establishing a framework for Community action to achieve the sustainable use of pesticides, and regulation (EC) No 1107/2009 concerning the placing of plant protection products on the market and repealing Council Directives 79/117/EEC and 91/414/EEC, among other things, to make sure that pesticides can be used safely from an environmental point of view. In order to protect pollinating insects, including

bees, Commission Implementing Regulation (EU) No 485/2013 limited the use of neonicotinoid insecticides harmful to bees, such as imidacloprid, chlotianidin and thiamethoxam [3]. In accordance with the regulation, authorization documents of pesticides containing such active substances had been modified by EU member states before September 30, 2013, and further restrictions are being introduced in 2018. In addition, NÉBIH NTAI pay special attention to the Hungarian bee health situation and places great emphasis on the reduction of all risks, including environmental risk, due to the use of pesticides [4].

Of course, it is not possible to take risk-mitigation measures for all pesticides, based on their risk to bees. In this regard, there are significant differences between the different active substances. For example, there are active substances that present an acceptably low risk/danger to honey bees, while other active substances present an unacceptable risk/danger to species that visit flowers. In addition, there are active substances that have a significant contact toxicity, but which degrade on the plants relatively rapidly, while other active substances have long-term effects. In addition to contact poisoning, further exposure is caused by the fact that pesticides applied to blooming plants can be picked up by pollen and can also enter the nectar. And pollinating arthropods feed on these, collect them and feed their larvae partly with them.

Bee toxicological properties (the toxicological profile) of active substances are determined on the basis of laboratory, semi field and field tests. These are taken into particular account by the authorizing body for the protection of bees and other pollinating insects and, furthermore, the precautionary principle is applied in the authorization documents of pesticides. For example, no pesticide expressly harmful to bees can be applied to blooming cultures visited by bees in the blooming period, or if the plant culture to be treated is visited by bees for any other reason. Such causes include the collection of honeydew, carrying water from the liquid drops secreted by the plant, or even the presence of blooming weeds. Restrictions are imposed by the authority not only in the case of pesticides sprays, but also in the case of seed coating agents, whose absorbed active substance may appear in the nectar and pollen in amounts that pose a risk to bees.

For the protection of bees, of course, the existence of regulations is only a necessary, but not sufficient condition. Implementation of the regulations in industrial practice depends on the law-abiding behavior of experts responsible for plant protection.

Bee deaths due to pesticides may have several reasons. The most common reason is the spraying of blooming plants with pesticides that are risky/harmful to bees. Another case is when the spray drifts from the treated field to neighboring or nearby

blooming plants. A further risk could be the poisoning of bees getting in contact with the seed coating powder removed from the surface of coated seeds during sowing. The bodies and limbs of bees and bumblebees are covered with dense hair, which can adsorb large amounts of pollen or seed coating powder. In field and horticultural crops it can happen that the sprayed, cultivated crop itself is not blooming, but there are blooming weeds among them, and these are visited by pollinating insects (e.g., bumblebees, bees, wasps, flies, butterflies). In such cases, there is a high risk of damage to pollinators. Finally, it is also a known case when pesticides are absorbed by the bees not only from the flower of the sprayed plant (pollen, nectar), but from the contaminated drops of water on the surface of the foliage, from rainwater, irrigation water or dew collected in a space enclosed by corn stalks or leaf sheaths, from guttation fluids secreted by the plants, or from puddles collected on the ground of a treated field. Many proboscis insects (e.g., aphids, scale insects, psyllids) secrete honeydew which forms a sticky coating on the surface of the plant. This carbohydrate-rich secretion is collected not only by ant species, but also by honey bees. Plants covered by honeydew also has to be considered a culture visited by bees. In this case, in plant protection activities, the same prescriptions have to be followed as if the culture was blossoming. Maize, grapes, potatoes and cereals also have to be considered as pollen sources, especially in periods poor in pollen.

Based on years of experience, spring is the most critical period in terms of bee deaths, particularly the blossoming period of fruit trees, rape and mustard (usually April). The exposure of bees to pesticides is greatest at this time. Another key period is the period of blooming of sunflower (usually from the end of June to the beginning of August). During these periods, pests that plants need protection against appear both in fruits and arable crops. It is the responsibility of the experts directing plant protection to make sure that protection is carried out at the right time and using pesticides, the proper use of which is not expected to present an unacceptable risk to pollinating insects.

However, during plant protection work, not only the phenological state of cultivated crops, but also nearby blossoming plants have to be taken into consideration, because they are often visited by the bees. It is not uncommon, that fields of arable crops are bordered by blossoming herbaceous plants and shrubs (e.g., blackthorn, black elderberry), lines of trees, protective forest areas (e.g., black locust trees). In the case of fruit orchards and vineyards, spacing areas could be covered by blossoming plants visited by bees (e.g., dandelion, nettle, white clover, Veronica species). In the spring and summer periods, plants at the borders of the fields are visited by a large number of pollinating insects. During plant protection activities carried out in these periods (spraying with insecticides, fungicides,

<sup>1</sup> NÉBIH Directorate of Plant Protection, Soil Conservation and Agri-environment



herbicides), particular attention should be paid that no pesticides risky or harmful to bees is adsorbed by the blossoming field border when spraying the neighboring plants (e.g., rape or cereals). Next to blossoming field borders, only those insecticides can be used that are not mandatorily labeled (not harmful) to bees and can be applied using technologies that are gentle to bees. Spraying must be carried out in such a way that protective distances specified in the authorization documents of the pesticides in order to protect non-target insects are observed, combined with drift reduction nozzles, if necessary, so that the spray does not drift to other plants from the treated culture. In addition, in areas utilized by nitrogen-binding secondary crops of ecological importance, the use of pesticides risky or harmful to pollinating insects has to be avoided, if possible.

When sowing coated seeds, to prevent the drifting of the powder containing the coating agent, the use of a deflector on pneumatic seeders is mandatory, which guides the flaking material to the ground through a pipeline.

#### 4. Plant protection aspects of bee poisonings from an authority point of view

In the following, the material assembled for the article that was published in Issue 4, Volume 26 of the journal *Agrofórum* is quoted, in an expanded form [5].

In the spring period, during plant protection work, special attention should be paid to the protection of bees and other pollinating insects when using pesticides harmful or risky to them. The goal is to avoid getting pesticides risky or harmful to bees on plants attractive to insects performing the collection.

Unfortunately, bee poisonings due to inappropriate plant protection technologies occur each year. Their number varies from year to year, but approximately 25 to 45 cases are published annually nationwide. Compared to bee deaths caused by other conditions harmful to bees, these case numbers are fortunately small, but for the beekeeper affected by the deaths, they cause serious economic losses, since the result is not only the destruction of the animals and the weakening of the families, but also a loss of revenue.

#### 5. Authority procedure in case of bee poisoning

Bee poisoning as a result of plant protection work has to be reported immediately by the beekeeper to the territorially competent county government office. On the basis of the notification, the authority will initiate an official investigation of the bee deaths. Since the publication of the National Food Chain Safety Office (NÉBIH) guideline „Procedure for investigating bee poisonings presumably as a consequence of plant protection activities” (November 2012) [11], cases reported to the authority are investigated by authority veterinarians and plant protection inspectors working

in the county government offices together. During this, samples are taken from dead bees by the committee investigating the bee poisoning, with the help of the veterinarian and the person responsible for bee health, and the losses are assessed. Two samples are taken per apiary for veterinary inspections and pesticide analysis. Following this, (blossoming) cultures that are visited by the bees are mapped out by the plant protection inspector within a radius of at least 3 km, and flower samples are taken from the areas. If dead bees can be found in the area concerned, they are also collected, separately from the other bee samples.

Samples are processed by the pesticide residue analytical laboratories of the Veterinary Diagnostic Directorate (ÁDI) of NÉBIH and of the Directorate of Plant Protection, Soil Conservation and Agri-environment (NTAI) of NÉBIH. In the pesticide residue analytical laboratories, bee and plant samples are analyzed for more than 200 active substances currently or formerly used, in addition to insecticides, for herbicides and fungicides as well.

A summary and evaluation of the bee health and pesticide residue reports related to the bee deaths is prepared by the Hydrobiological Laboratory of the ÁDI and the NÉBIH NTAI. Help to the compilation of the summary reports are provided by the environmental models of authority pesticide evaluation, and by the pesticide residue analytical results of the authority itself. During the toxicological analysis of the bee samples it is determined whether the pesticide or biocidal agent found in the samples can have an adverse effect on the outgoing bees. If necessary, pollen and nectar samples taken from the hive are also analyzed.

When analyzing plant samples, it is decided by the authority on the basis of the results of the analytical test, whether the pesticide residue content of the culture samples in the blossoming phenological state recorded in the report indicates proper or improper use. Proper pesticide use, in accordance with the EU pesticide evaluation and authorization procedure, cannot mean an unacceptable bee toxicology risk. This requirement must be interpreted as meaning that the active substance of the pesticide applied can only negligibly affect the health status of the bee families in question. The same applies to wild bees, bumblebees and solitary bees. To find improper plant protection technologies or to impose sanctions, it is sufficient to establish that an active substance is not authorized for the treated culture, or that the amounts of its residues significantly exceed the expected levels. The latter is often the case when the phenological restrictions prescribed for the use of the pesticide are ignored. It is also considered improper application when the necessary measures to prevent the drifting of the pesticide are not taken. The offense is particularly serious if the neighborhood of the treated area is covered by blossoming plants, for example, there is a row of black locust trees near the treated area.

The activities of the different authorities and laboratories are coordinated by the new bee poisoning procedure, cooperation is required. The number of reports submitted to the authority by practicing beekeepers, requesting compensation for the damages suffered increases each year, but still only some of the cases reach the authority. Sometimes it is the case that the parties to the dispute, to maintain a good relationship, settle the issue with each other without involving the authority.

#### 6. Pesticide residue database

In order to produce the summary evaluation of bee poisoning cases, the authority needs data, based on which it can be decided whether the pesticide residue content of the plant sample taken during blossoming according to the standard procedure indicates proper, i.e., in accordance with the authorization document, or improper technological use.

To determine pesticide residue levels that appear when using the proper technology and to evaluate bee deaths according to the standard procedure, field experiments were set up by NÉBIH in 2013 in 13 counties in six cultures attractive to bees (autumn oilseed rape, sunflower, maize, cherry, sour cherry and apple), using 7 insecticide sprays and 11 insecticide seed coating agents, the active substances of which were most often detected in dead bees collected during the investigation of the cases. A summary of the results was published in the trade journal titled *Növényvédelem* (Plant protection) [6].

The purpose of the study, from a bee poisoning evaluation point of view, was to determine pesticide residue reference values that characterize the pesticide residue contents of samples taken from blossoming cultures in the case of proper treatment. In other words, if the pesticide residue content of the given sample significantly exceeds the reference range in terms of the active substance harmful to bees, it indicates that plant protection treatments have been carried out using improper technologies (at higher doses than authorized or at a later phenological stage).

The analyses also provide an opportunity to serve as an objective basis for the possible modification of the authorization documents of certain pesticides.

#### 7. Bee poisoning cases investigated between 2013 and 2017

In connection with the bee poisoning cases reported to the authority, based on the pesticide residue analytical results of plant samples, numerous plant protection technological errors have been discovered by the authority between 2013 and 2017 which could have been the source of severe poisonings in the case of both honey bees and wild pollinating organisms.

Technological errors – use of unauthorized products [5]:

- Diazinon in blossoming sour cherry orchard (1 case);
- Bifenthrin in rape (1 case);
- Dimethoate in blossoming apple undergrowth (1 case);
- Dimethoate in apple blossoms (5 cases);
- Dimethoate in plum blossoms (1 case);
- Dimethoate in blossoming plum undergrowth (1 case);
- Dimethoate in sour cherry blossoms (1 case);
- Dimethoate in oil radish (1 case);
- Dimethoate in blooming sunflower (1 case);
- Dimethoate in maize tassel (1 case);
- Dimethoate in grapes (1 case);
- Chlorpyrifos in apple blossoms (10 cases);
- Chlorpyrifos in cherry blossoms (1 case);
- Chlorpyrifos in plum blossoms (1 case);
- Clothianidin/thiamethoxam in apple blossoms (16 cases);
- Clothianidin/thiamethoxam in maize (6 cases);
- Imidacloprid in oil radish (1 case).

Since 2013, over the past five years, in 50 cases, active substances have been detected in plant samples by the laboratory which had been withdrawn from the given culture or, in certain cases, even removed from the European Union pesticide active substance positive list. One common mistake of this type is the improper application of products with the active substance dimethoate. Earlier, formulations containing dimethoate were allowed to be used widely in several cultures, but this has changed fundamentally. Currently, this active substance can be used exclusively in sugar beet, tobacco, cabbage, garlic, shallot and onion cultures. Thanks to the measures, the dimethoate contamination of bees has dropped significantly, presumably because of the restriction regarding stone fruits and pome fruits.

Recently, the authorization documents of products containing chlorpyrifos as an active substance have been modified several times, as a result of which the use of this active substance has been prohibited in the case of several cultures. Currently, it can no longer be used in most fruit crops, such as apples. Since chlorpyrifos is one of the most commonly identified active substances in dead bees, authorization conditions of its products will be discussed later.

According to the restrictions introduced in 2013, spraying of cultures attractive to bees is forbidden before blossoming, using products that contain neonicotinoid active substances (imidacloprid, clothianidin, thiamethoxam), which are particularly dangerous to bees. As a consequence, for example, clothianidin/thiamethoxam pesticide residues

found in apple blossom samples clearly indicate an infringement. 16 such cases have been revealed by the authority over the past five years.

Seed coating and treatment of maize using the above active substances have also been restricted. Following the restriction, proceedings were initiated by the authority in 6 cases because of chlotianidin/thiamethoxam pesticide residues detected in maize tassels in amounts exceeding the limit of quantification.

Technological errors – drifting of pesticides to other plants attractive to bees [5]:

- Cypermethrin in fruit orchard undergrowth (9 cases);
- Chlorpyrifos in fruit orchard undergrowth (16 cases);
- Chlorpyrifos in blooming field borders, ruderals (3 cases);
- Clothianidin in blooming ruderals (1 case);
- Clothianidin/thiamethoxam in fruit orchard undergrowth (8 cases);
- Lambda-cyhalothrin in blooming field borders, ruderals (2 cases);
- Chlorpyrifos in black locust blossoms (2 cases);
- Dimethoate in milkweed flowers (2 cases).

One of the most commonly experienced mistakes is that the producer does not consider that the treated area or its vicinity is covered by flowering weeds that are visited by bees. Over five years, active substances especially harmful to bees have been found by the authority in flowering undergrowth or ruderals in a total of 43 cases, even though the regulation provides that the treatment of crops by such agents is prohibited if the area is visited by bees for any reason (FVM decree 43/2010) [10].

Technological errors – use of improper technology [5]:

- High cypermethrin level in apple blossoms (1 case);
- High cypermethrin level in rapeseed flower (7 cases);
- High chlorpyrifos level in rapeseed flower (6 cases);
- High chlorpyrifos level in apple blossoms (10 cases);
- High chlorpyrifos level in oil radish (1 case);
- High chlorpyrifos level in maize tassels (1 case).

Over the 5 years investigated, it was determined in 26 cases that, based on the amount of pesticide active substance found in the culture, application was carried out either too late (i.e., in the blossoming period), or in unjustifiably high doses different from what is specified in the authorization document [6].

Of course, the technological infringements detailed above have financial consequences as well. The plant protection authority is obligated to initiate proceedings against the owner of the plant sample, provided that its pesticide residue content is cause for suspicion. If the infringement can be proven, the proceedings may be subject to plant protection or food chain supervision fines, the amount of which varies between 15,000 and 150,000,000 HUF, depending on the nature and severity of the infringement.

To avoid such mistakes and similar offenses, it is advisable to continuously monitor the information published on the NÉBIH website regarding current restrictions and, in addition, the data on the labels of the products should be studied before each spraying, based on which it can be decided whether the products can be used in the given culture or not.

### 8. Changes in the authorization documents of products containing chlorpyrifos

The maximum residue level (MRL) inspection report regarding chlorpyrifos was adopted by the Standing Committee on Plants, Animals, Food and Feed (ScoPAFF) of the European Union on November 22, 2017. In parallel with this, taking into account the assessment of consumer risks, the MRL values for certain products had to be modified. As a consequence of the introduction of modified limit values, the authorization documents of the pesticides containing chlorpyrifos that are permitted to use in Hungary were reviewed by the authority and the necessary changes have been made. The decision concerns the following products:

- From the authorization document of the product Cyren EC the authorization for use in *quince*, *medlar*, *wine grapes* and *empty warehouses*, as well as the use in *maize* and *sunflower* cultures for stock treatment were deleted. Therefore, the preparation cannot be used in *maize* and *sunflower* after sowing;
- From the authorization document of the product Dursban 480 EC the use in *quince*, *wine grape*, *fodder* and *silage maize* and *sweet corn* cultures was deleted;
- From the authorization document of Dursban Delta CS *wine grape* and *maize* cultures were deleted;
- From the authorization document of Kentaur 5 G the use in *potatoes* was deleted;
- The authorization for use of Nurelle-D 50/500 EC in *wine grapes* was withdrawn;
- The authorization for use of Pyrinex 25 CS in *wine grapes* and *maize* was deleted;
- The authorization for use of Pyrinex 48 EC in *quince*, *medlar* and *wine grapes* was withdrawn. It can be used in *maize only during or before sowing*;

- From the authorization document of Pyrinex Supreme the use in *maize* was deleted.

Other specifications of the authorization documents remained unchanged. The restrictions listed above apply from January 1, 2018 [7]. Modified authorization documents of the products are available in the NÉBIH Pesticide database on the NÉBIH website [8]. Strict compliance with the prescriptions is also mandatory during the cultivation of plants sown for greening [9].

### 9. The issue of synergism

Result of international and domestic bee toxicological studies show that the acetamiprid active substance found in products not regulated for bees, when used together with certain triazole type fungicides, in synergy with them, poses a greater risk to bees and other pollinating organisms than when sprayed alone. In view of this, modifications were introduced in the authorization documents of these products by the Hungarian pesticide authorization body. The essence of the modification is that products with acetamiprid as the active substance can only be applied together with the tebuconazole active substance, if a technology that is gentle to bees is used, i.e., in the case of such a combination spraying can only commence after the end of the daily active flight of honey bees, no more than one hour before the astronomical sunset and should be finished no later than 11 p.m. The evaluation of similar combinations is currently under way.

### 10. Conclusions, recommendations

Thanks to the latest research results, the opinion on pesticide active substances changes continuously, which may lead to changes in the specifications for product use from time to time. For this reason it is advisable to monitor constantly the up-to-date versions of regulations and recommendations concerning the field, and it is also worth keeping in touch for experts in plant protection with those working in the beekeeping industry, since ensuring as safe a plant protection as possible and a healthy agricultural environment is our shared national interest.

### 11. References

- [1] A fontosabb növények vetésterülete, 2017. június 1. KSH Statisztikai Tükör. <https://www.ksh.hu/docs/hun/xftp/gyor/vet/vet1706.pdf> (Acquired: 23.03.2018.)
- [2] IPBES (2016): Summary for policymakers of the assessment report of the Intergovernmental Science-Policy Platform on Biodiversity and Ecosystem Services on pollinators, pollination and food production. S.G. Potts, V. L. Imperatriz-Fonseca, H. T. Ngo, J. C. Biesmeijer, T. D. Breeze, L. V. Dicks, L. A. Garibaldi, R. Hill, J. Settele, A. J. Vanbergen,

M. A. Aizen, S. A. Cunningham, C. Eardley, B. M. Freitas, N. Gallai, P. G. Kevan, A. Kovács-Hostyánszki, P. K. Kwapong, J. Li, X. Li, D. J. Martins, G. Nates-Parra, J. S. Pettis, R. Rader, B. F. Viana (eds.). pp 1–28. viewed and downloaded at [www.ipbes.net](http://www.ipbes.net) (Acquired: 04.03.2018.)

- [3] Anonim (2013): A Bizottság 485/2013/EU végrehajtási rendelete (2013. május 24.) az 540/2011/EU végrehajtási rendeletnek a klotianidin, a tiametoxám és az imidakloprid hatóanyag jóváhagyási feltételei, valamint az e hatóanyagokat tartalmazó növényvédő szerrel kezelt vetőmagok használatának és értékesítésének tilalma tekintetében történő módosításáról. Az Európai Unió Hivatalos Lapja I. 139: 12–26.
- [4] Gábrriel G., Tóthné Lippai E. (szerk. 2013): Nemzeti Növényvédelmi Cselekvési Terv 2012. NÉBIH Növény-, Talaj- és Agrárkörnyezet-védelmi Igazgatóság. Budapest, 58 pp.
- [5] Rónai A. K., Nagyné Sipos A. (2018): Méhmérgezések növényvédelmi vonatkozásai a hatóság szemszögéből. Agrofórum, 29 (4): 34–36.
- [6] Ripka, G., Repkényi, Z., Griff, T., Dienes, D., Vásárhelyi, A. (2015): The results of analytical residue studies on certain insecticides applied in flowering crops. (Virágzó növénykultúrákban végzett rovarölő szermaradék-analitikai vizsgálatok 2013. évi eredményei.) Növényvédelem, 51 (4): 167–182.
- [7] [www.facebook.com/nebih.hu; http://portal.nebih.gov.hu/-/tovabb-korlatozodik-a-klorpirifosz-tartalmu-novenyvedo-szerek-felhasznalasa](http://portal.nebih.gov.hu/-/tovabb-korlatozodik-a-klorpirifosz-tartalmu-novenyvedo-szerek-felhasznalasa) (Acquired: 23.03.2018.)
- [8] [www.facebook.com/nebih.hu; https://novenyvedoszer.nebih.gov.hu/Engedelykereso/kereso](https://novenyvedoszer.nebih.gov.hu/Engedelykereso/kereso) (Acquired: 23.03.2018.)
- [9] [www.facebook.com/nebih.hu; http://portal.nebih.gov.hu/-/zolditeskor-ugyeljunk-a-beporzo-rovarokra](http://portal.nebih.gov.hu/-/zolditeskor-ugyeljunk-a-beporzo-rovarokra) (Acquired: 04.03.2018.)
- [10] 43/2010. (IV. 23.) FVM rendelet a növényvédelmi tevékenységről. <https://net.jogtar.hu/jogszabaly?docid=a1000043.fvm> (Acquired: 04.03.2018.)
- [11] Eljárásrend a vélhetően növényvédelmi tevékenység következményeként történt méhmérgezések kivizsgálására. Belső használatra kiadott útmutató, Nemzeti Élelmiszerlánc-biztonsági Hivatal (NÉBIH). 2012. 11. 1.





A kép illusztráció / Picture is for illustration only  
Fotó/Photo: Shutterstock

Zay Katalin<sup>1</sup>, Somogyi László<sup>1</sup>, Soós Anita<sup>1</sup>

Érkezett: 2018. január – Elfogadva: 2018. április

## Különböző tulajdonságú mákörlemények hatása a fehér csokoládé reológiai tulajdonságaira

**Kulcsszavak:** mák, fehér csokoládé, állományvizsgálat, reológiai tulajdonságok, termékfejlesztés

### 1. Összefoglalás

Kutatásaink során különböző aprítottsági fokú és eltérő mennyiségben adagolt mákkal és mákliszttel készült fehércsokoládé-mintákat hasonlítottunk össze, hogy megállapíthassuk, milyen hatással van a végtermék reológiai módosulásaira, azaz hogyan befolyásolja a végtermék penetrációs és rotációs viszkozitás tulajdonságait. A rotációs viszkozimetria eredményei alapján a mákkal kevert minták között szignifikáns különbséget tapasztaltunk a mák aprítottsági fokának függvényében. A penetrációs mérések eredményei alapján viszont a kisebb olajtartalmú máklisztes minták között volt szignifikáns különbség az aprítottság mértékével összefüggésben. Az aprítás során két, egymással ellentétes hatás érvényesül: egyrészt az olajtartalom távozása, másrészt az adott térfogategységre eső részecskék számának növekedése. A technológiában e két hatás együttesen, de különböző mértékben érvényesül. A mákos és máklisztes masszák átlagos szemcseméretére vonatkozóan egyaránt szignifikáns különbség adódott a minták között. Főkomponens-elemzéssel és diszkriminancia-elemzéssel kapott eredményeink alapján elmondható, hogy a mákos/máklisztes csokoládék csoportosítása esetén a fő hatótényező a csokoládé-hoz adott mák/mákliszt formája volt. A hozzáadott mák/mákliszt mennyiségének hatása csak másodlagosan érvényesült. A fogyasztói érzékszervi bírálat eredményei alapján a megkérdezett fogyasztók az egészben és kisebb mennyiségben adagolt mákos mintákat kedvelték a leginkább, ezzel szemben a nagyobb mennyiségben adagolt egész máklisztes csokoládékat pedig kevésbé.

### 2. Bevezetés

A kutatás során előállított mákos csokoládé az egyrétegű készítmények csoportjába, azon belül a bonyolult összetételű szuszpenziók közé tartozik. Az olvadt állapotú csokoládében a diszperziós közeget a kakaóvaj képezi, és ebben van szuszpendálva a finoman aprított szacharóz és a többi komponens [12]. A csokoládé olyan egyedülálló élelmiszer, amely szobahőmérsékleten szilárd halmazállapotú, míg fogyasztása során, a szájban 37 °C körül könnyen olvad. Ez a tulajdonság a kakaóvajnak köszönhető [2]. A csokoládé kakaóvajtartalmát túlnyomó részt a telített zsírsavak alkotják. Összetevői között a sztearinsav (S) 34%-ban, a palmitinsav (P) 27%-ban, az egyszerűen telítetlen olajsav (O) 34%-ban van jelen. Így a kakaóvajban a legjellegzetesebb trigliceridek (POP,

POS, SOS) az említett három zsírsav észterei [1]. Az ilyen típusú termékek sajátossága az állagszilárdság, ami azt jelenti, hogy a felolvasztott zsiradékot megfagyasztják, miközben a triglicerid-molekulák megfelelő formában kristályosodnak, ezek a kristályformák felelnek a csokoládé kagylós töréséért és a felületi fényességért [12].

Az élelmiszerek túlnyomó többsége és a korábban említett jellemzők alapján a csokoládémassza is a nem-newtoni folyadékokra jellemző tulajdonságot mutat, ami azt jelenti, hogy a viszkozitása a nyírófeszítéssel változik [17]. A nem-newtoni anyagok áramlása a Bingham-teszt szerinti folyáshatár egyenlettel jellemezhető [9]. A leggyakoribb viselkedést pszeudoplasztikus viselkedésnek nevezzük, ami azt jelenti, hogy a nyírófeszítés növelésével a viszko-

<sup>1</sup> Szent István Egyetem Élelmiszertudományi Kar Gabona és Iparnövény Technológia Tanszék



zítás csökken. Ez a viselkedés-típus gyakori az olyan folyadékoknál, mint az olvasztott csokoládé. A csokoládémassza viszkozitása nagyobb a kakaóvajénál, és függ a nyírósebességtől. Reogramja alapján megállapítható, hogy folyása csak a határfeszültség elérése után indul meg, majd a folyáshatárt átlépve a massa kiindulási viszkozitása a legnagyobb, és a nyírósebesség fokozatos növekedésével a meredsége csökken.

A csokoládé reológiai viselkedését Casson az alábbi egyenlettel írta le:

$$\tau^{1/2} = \tau_{Ca}^{1/2} + (\eta_{Ca} \cdot \dot{\gamma})^{1/2} \tag{1}$$

A Casson-egyenlet (1) pozitívuma, hogy egyszerű linearizálható formulával, valamint a Casson-féle folyáshatárral és a Casson-féle viszkozitással lehet jellemezni a masszát igen széles nyírófeszültség és nyírósebesség tartományban.

A viszkozitás mérésére ipari gyakorlatban többféle mérőműszer áll rendelkezésre, de a csokoládé gyártása során leginkább a rotációs viszkoziméterek használata terjedt el, mint például a MacMichael egysebbes, vagy a Brookfield és Haake többsebbes mérőszerek [11].

Az érzékszervi vizsgálatokat képzett és/vagy laikus (fogyasztói) bírálókkal szokás elvégeztetni. A képzett panellel végzett bírálatok során analitikus kérdésfeltevést alkalmaznak, tehát a kérdések az egyes érzékszervi tulajdonságok intenzitásértékeire vonatkoznak (pl.: mennyire intenzív a minta édes íze). A képzett panel tagjai képzésben részesülnek, ezt részletezi az MSZ EN ISO 8586:2014 szabvány [13]. A szabvány többek között egy előírást is tartalmaz a bírálók teljesítményének folyamatos értékelésére. Ezzel szemben a fogyasztói érzékszervi bírálatok során laikus, előzetes képzettséggel nem rendelkező bírálókat alkalmaznak. A bírálatok során kizárólag a kedveltségre, vagy a vizsgált termék egyéb tulajdonságaira vonatkozó véleményre kérdeznek, analitikus kérdésfeltevést nem alkalmaznak. A fogyasztói bírálatokból kapott eredmények jól használhatók a fogyasztói preferencia leírására akár képzett bírálók adataival, akár műszeres mérések eredményeivel együttesen [4].

A fogyasztói érzékszervi bírálatok külön csoportját képezi a fogyasztói termékfejlesztés során alkalmazott optimum-skálákkal történő bírálatok köre. Az optimum-skálák bimodális skálák, amelyek a kedveltségi skálákkal együtt alkalmazva a kedveltségre legnagyobb hatással bíró érzékszervi tulajdonságokat azonosítják [5]. A szakirodalomban az optimum-skálák értékelésére számos eljárást ismertetnek. Ilyenek például a penalty analízis, opportunity analízis, PRIMO analízis [15], bootstrapped penalty analízis [10], lineáris regresszió [3], Khí-négyzet próba, Spearman-féle rangkorreláció, többváltozós regresszió [15], többváltozós alkalmazkodó regressziós szplájnfüggvény (multivariate adaptive regression spline, MARS) [18], részleges legkisebb négyzetek elvén alapuló regresszió [18], általánosított párkorrelációs módszer [6] és a rangszámkülönbségek összege módszer [8]. Egy friss publikációban az optimum-skálák használatának előnyeit kefirek példáján mutatták be [7].

3. Anyag és módszer

3.1. Felhasznált anyagok

Munkánk kezdetén számos előkísérletet végeztünk, amelyek során kereskedelmi forgalomban is kapható tej-, ét- és fehér csokoládékhoz különböző mennyiségű mákkrém és különböző módon aprított mákot és máklisztet adagoltunk. A táblás csokoládékat 13 főből álló laikus bírálócsoporthat bírálta és kedveltség vizsgálat során, amelyben a mák íz kedveltségét vizsgáltuk elsősorban, majd az eredményeket varianciaanalízissel értékeltük ki.

Ezen előkísérletek eredményei alapján meghatároztuk a leginkább kedvelt fehér csokoládét, amely egy 29,5 % kakaóvaj tartalmú termék lett. Ehhez a termékhez egész mákot és máklisztet adagolva hoztuk létre a vizsgálat során felhasznált mintákat.

A felhasználás során a mákot egészben, darálva és konsolva és 2-4-6%-ban, míg a máklisztet egész és konsolt állapotban 6-8-10%-ban adagoltuk a maszshoz. A mák darálása 2 percen keresztül kézi darálóval történt. A konsolás 24 órán keresztül egy laboratóriumi aprító és finomító konsban történt. Az előkísérletek eredményei alapján az 1. táblázatban jelölt mintákat állítottuk elő.

1. táblázat: A felhasznált minták  
Table 1: Samples used

Mákkal kevert termékek Products mixed with poppy seeds			Mákliszttel kevert termékek Products mixed with poppy seed flour		
2%	4%	6%	6%	8%	10%
egész / whole	egész / whole	egész / whole	-	-	-
darált / ground	darált / ground	darált / ground	egész / whole	egész / whole	egész / whole
konsolt / conched	konsolt / conched	konsolt / conched	konsolt / conched	konsolt / conched	konsolt / conched

Az elkészült mintákat egy 42 főből álló fogyasztói bíráló panel értékelt optimumskálák segítségével. Az optimum-skálakon kapott eredményeket penalty analysis módszerrel értékeltük, hogy megadjuk, mely érzékszervi tulajdonságok befolyásolják a leginkább a termékek kedveltségét. Az eredményekből a leginkább és legkevésbé kedvelt csokoládét választottunk ki és jellemeztük, hogy a termékfejlesztés során mely paraméterek változtatása lenne célravezető az optimális termék elkészítéséhez.

3.2. Felhasznált eszközök

- Thermo Scientific HAAK Viszkoziméter és iQ Reométer,
- Stable Micro System (SMS) állománymérő,
- kézi szemcseméret meghatározó,
- Red Jade érzékszervi célszoftver;

3.3. Szemcseméret-meghatározás

Az 1. táblázatban látható minták és az alapanyagok szemcseméretét, kézi részecske meghatározóval mértük meg. Az egyes alapanyagokat olajban elkevertük, és úgy vittük fel a mérőfej felületére. A szemcseméretet mikrométerben adtuk meg.

3.4. A minták reológiai vizsgálata

Az etalonként vett fehércsokoládét és a mintákat Thermo Scientific HAAK- típusú viszkoziméterrel és iQ reométerrel vizsgáltuk a  $\gamma$  vs  $\eta$  és  $\gamma$  vs  $\tau$  függvényében és az alábbi paramétereket határoztuk meg:

- látszólagos viszkozitás = Casson viszkozitás (Pas) A látszólagos viszkozitás a 0 nyírósebességre extrapolált nyírófeszültség értéke.
- viszkozitás (Pas)
- nyírófeszültség (Pa)
- nyírósebesség (1/s)



A kép illusztráció / Picture is for illustration only  
Fotó/Photo: Shutterstock

A leolvasott viszkozitás- és folyáshatárértékeket a nyírósebesség függvényében ábrázoltuk.

3.5. Állománymérés

A csokoládék állományának meghatározására Texture Analyser Stable Micro System állománymérő műszert használtunk 2 mm átmérőjű tű formájú mérőfejjel. Csokoládémintaként 9 párhozamos mérést végeztünk. A kísérlet eredményei a terhelés függvényében kapott behatolási értékek voltak (maximális erő (N), a csokoládéréteg átszakításához szükséges erő (N), kompressziós munka (Nmm) és gradiens erő (N/mm). A vizsgálati eredmények közül a keménységet leíró Fmax (N) maximális erőt találtuk a legjellemzőbbnek amelyeket a 4. táblázatban foglaltuk össze. A penetrációs vizsgálatoknál hitrelesített súlyt használtunk, de a mérőeszköz az eredményeket értelem-szerűen N-ban adta meg.

A kapott adatokból átlagot és szórást számítottunk, majd ezeket hasonlítottuk össze egymással.

A minták vizsgált paraméterei közti különbséget 5%-os szignifikanciaszint beállítása után varianciaanalízissel értékeltük a mák hozzáadott mennyisége és formája alapján is. Az adatok matematikai elemzésére a Legkisebb Szignifikáns Differencia (least significant differences, LSD) módszerét alkalmaztuk, amelynek feltétele a szórás homogenitás volt [16]. A minták csoportosítását SPSS rendszer alapú főkomponens-analízissel (principal component analysis, PCA) és diszkriminancia-analízissel (canonical discriminant analysis, CDA) is elvégeztük, annak érdekében, hogy az adagolt mák és mákliszt mennyiségének illetve aprítottságának csoportképző hatását megállapítsuk.

3.6. Érzékszervi bírálat

A minták fogyasztói érzékszervi bírálata során penalty analysis alkalmazásával azokat a terméktulaj-



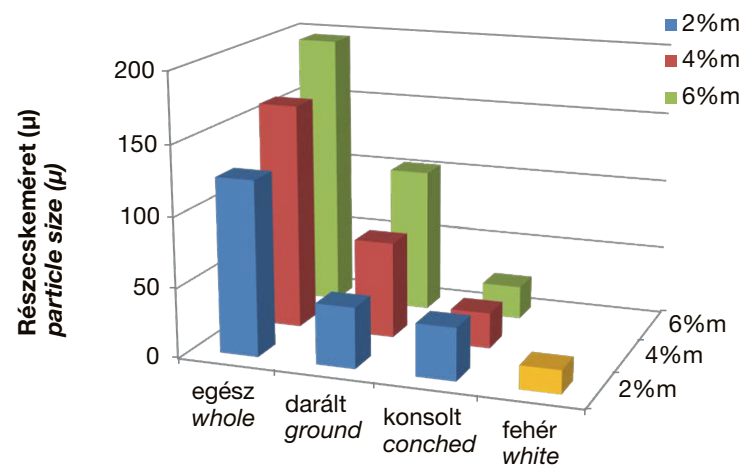
donságokat kerestük, amelyek a legnagyobb hatással vannak a fogyasztói elfogadottságra. A bírálati módszer segítségével megadható, hogy az egyes tulajdonságok, jelen esetben a mák/mákliszt intenzitás értékei a fogyasztók számára mennyire térnek el az optimálistól. Az érzékszervi bírálatokat a Szent István Egyetem, Élelmiszertudományi Karának Érzékszervi Minősítő Laboratóriumában végeztük Red Jade® érzékszervi célszoftver alkalmazásával. A mintákat négyjegyű, véletlen számokkal kódoltuk, hogy a bírálók ne tudják azonosítani az egyes csokoládékat. Számukra a bírálat során semleges ízű, szénsavmentes ásványvizet biztosítottunk íz-semlegesítés céljából. A bírálati helyiség megfelel az MSZ ISO 8589:2015 szabvány [14] előírásainak. Az érzékszervi bírálatokban 42 fő fogyasztói bíráló vett részt. A bírálat során optimum-skálákat és kedveltségi skálát alkalmaztunk, hogy megállapítsuk, melyek azok a terméktulajdonságok, amelyek a kedveltségre szignifikánsan hatnak.

#### 4. Eredmények

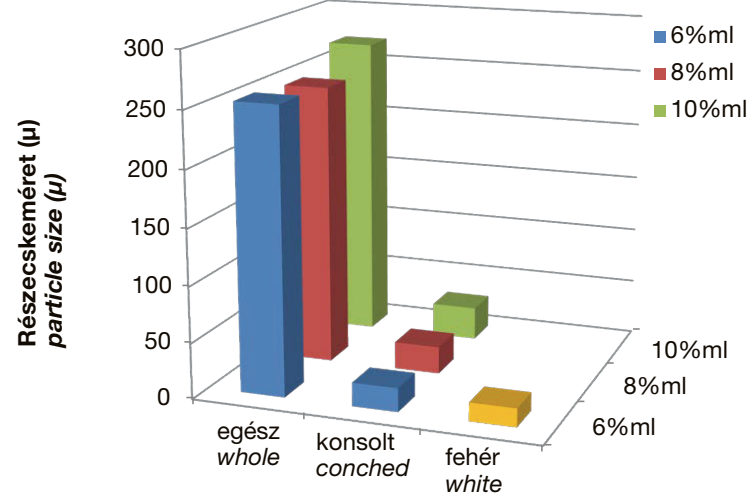
##### 4.1. Szemcseméret-meghatározás

Az **1. ábra** a mákos a **2. ábra** a máklisztes csokoládé szemcseméretét szemlélteti, aminek alapján megállapítható, hogy mind a mákos, mind a máklisztes minták esetében a konsolás hatására jelentős méretcsökkenést figyeltünk meg az egészben adagolt máktermékhez képest. A mákos minták esetében a darálás hatására szintén méretcsökkenést tapasztaltunk.

A mákkal kevert minták esetében az egész és darált mákkal készült mintáknál a mennyiség növelésével nőtt a részecskeméret. A mák mennyiségének növelésével az egyúttapításnál nem jelentkezett jelentős mértékű növekedés. A máklisztes mintáknál sem az egészben adagolt, sem a konsolt mintáknál nem tapasztaltunk részecskeméret növekedést a hozzáadott liszt mennyiségének növelésével.



1. ábra: Mákos csokoládé szemcsemérete  
Figure 1: Particle size of poppy seed chocolates



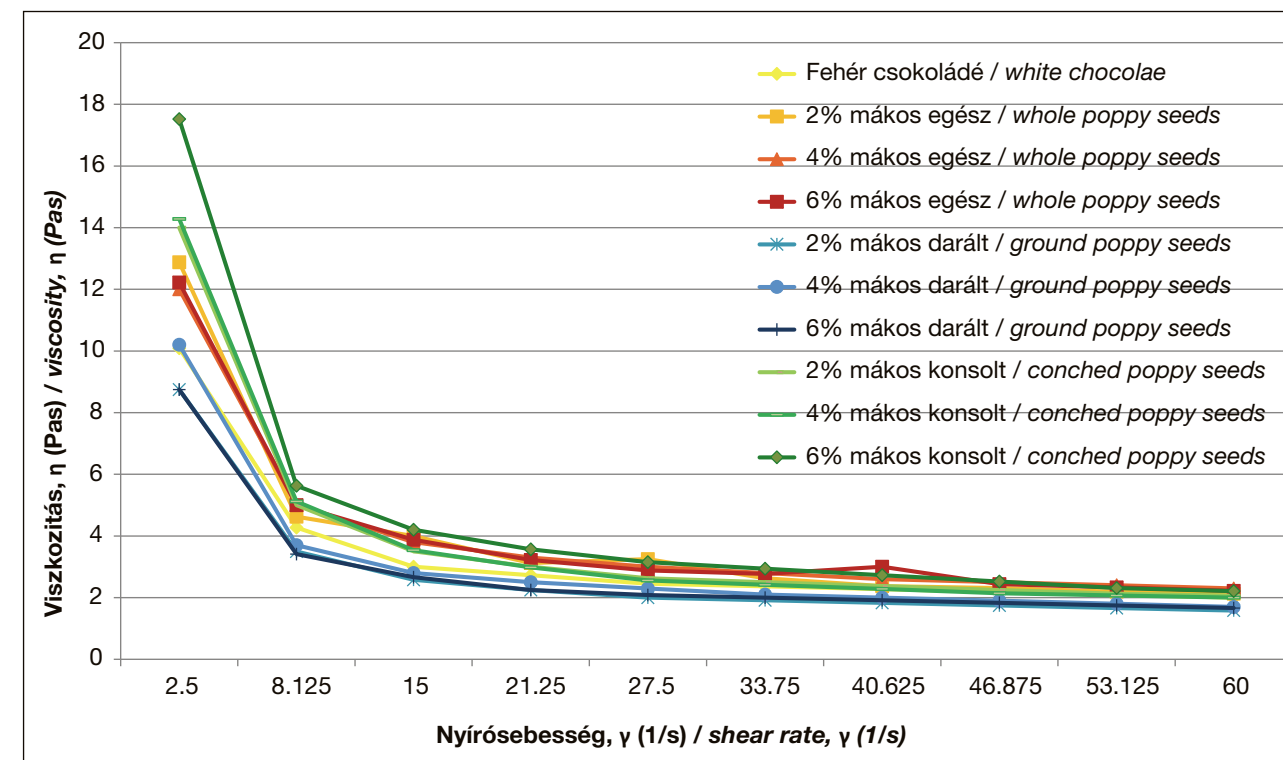
2. ábra: Máklisztes csokoládé szemcsemérete  
Figure 2: Particle size of poppy seed flour chocolates

##### 4.2. A minták reológiai vizsgálata

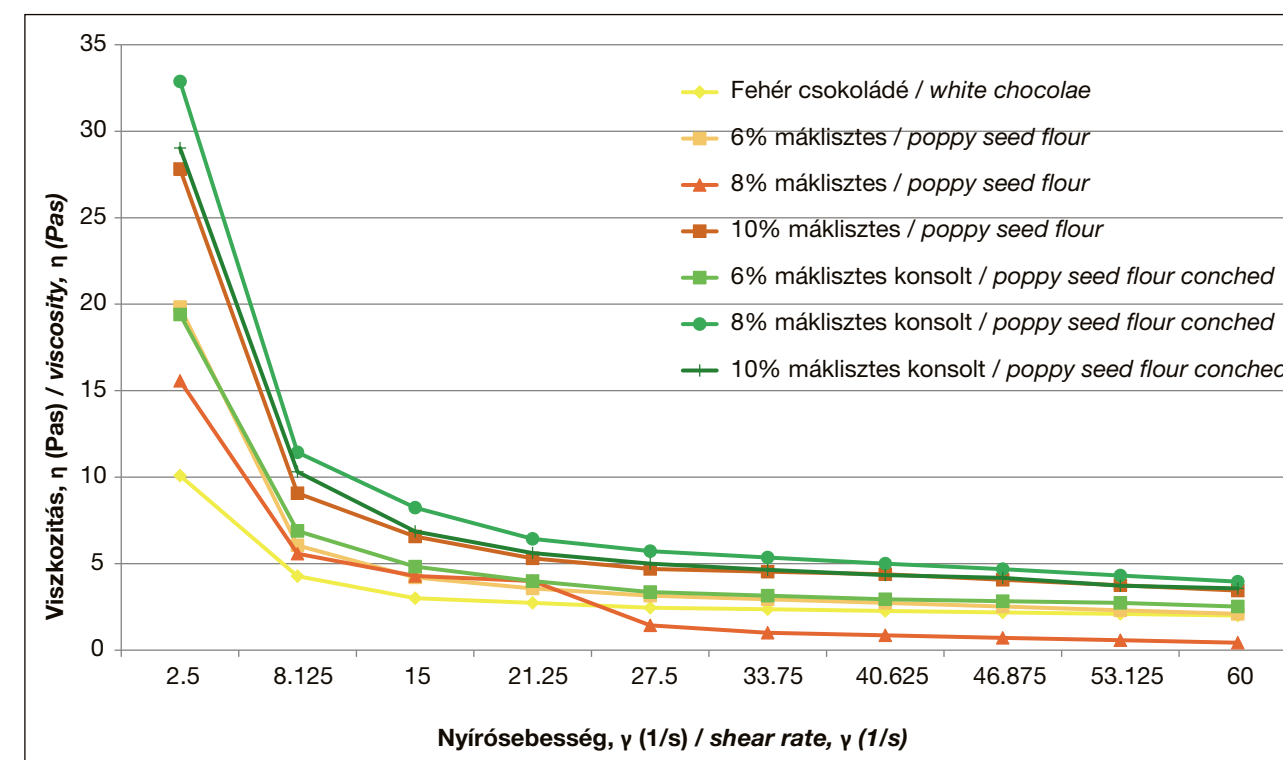
A reológiai tulajdonságok meghatározása céljából kvalitatív és kvantitatív értékelést is végeztünk. A kvalitatív eredményeket a viszkozitás görbéken, a kvantitatív eredményeket pedig a folyásgörbéken mutatjuk be.

##### 4.2.1. Viszkozitás-eredmények

A **3. ábrán** láthatók a mákkal kevert csokoládé viszkozitás görbéi. A görbék alapján megállapítható, hogy a legnagyobb viszkozitás-értékeket a kezdeti nyírófeszültségnél mértük, és a nyírósebesség növelésével a viszkozitásértékek csökkentek. Ezek alapján a csokoládéminták nyírásra vékonyodó jeleget mutatnak.



3. ábra: A mákos csokoládé viszkozitásának változása  
Figure 3: Changes in the viscosities of chocolates containing poppy seeds



4. ábra: A máklisztes csokoládé viszkozitása  
Figure 4: Viscosities of chocolates containing poppy seed flour

A mákos minták esetében a viszkozitás-görbék 2 Pas körüli viszkozitás-értéket vettek fel.

A **4. ábrán** a máklisztes minták viszkozitás-görbéi láthatók, ahol szintén megfigyelhető a nyírásra vékonyodó jelleg a mákkal kevert mintákhoz hasonlóan. A nagyobb nyírósebességhez tartozó görbék – a lisztes minták a mákkal készített mintákkal szemben – kevésbé mutattak egy irányba tendáló jelleget és 5 Pas körüli értéket vettek fel.

#### 4.2.2. Nyírófeszültség-eredmények

A folyásgörbék a viszkozitásgörbékkel hasonló lefolyásúnak adódtak, de a sebesség növelésével a nyírófeszültség értékek megnöttek, különösen a máklisztes minták esetén tapasztaltunk jelentős mértékű eltérést.

Az eredményekre az ipari gyakorlatban is leginkább elterjedt Casson-modellt illesztettük  $r > 0,9$  korrelá-

ciós együtthatóval, amely megfelelő pontosságúnak mondható. A folyásgörbéből  $\tau_0$  (folyáshatár) és  $\eta$  (látszólagos viszkozitás) számoltuk.

#### 4.2.3. Látszólagos viszkozitás-eredmények

A **2. táblázat** alapján elmondható, hogy az egész mákszemekkel készített minták esetében a látszólagos viszkozitás értékek az együttaprítás hatására lecsökkentek, míg az egészben adagolt máklisztes mintákhoz képest a konsolás viszkozitás-növekedést idézett elő. A darált mákos minták esetében nem figyelhető meg valamilyen irány a viszkozitás értékek alakulása tekintetében.

A varianciaanalízis eredményei alapján az mákkal készített minták között volt szignifikáns különbség. A látszólagos viszkozitásnak az anyagtranszportnál van szerepe, fontos tényező a csokoládé adagolhatóságánál.

2. táblázat: A csokoládé minták látszólagos viszkozitása  
Table 2: Apparent viscosity of chocolate samples

	Mákos (Pa) Products mixed with poppy seeds (Pa)			Máklisztes (Pa) / with poppy seed flour Products mixed with poppy seed flour (Pa)		
	2%	4%	6%	6%	8%	10%
egész / whole	0.99	1.23	1.24	0.90	1.16	1.56
darált / ground	0.89	0.96	0.984	-	-	-
konsolt / conched	0.94	0.86	0.99	1.08	1.61	1.44
fehér csokoládé white chocolate	1.17					

3. táblázat: A csokoládéminták folyáshatárértékei  
Table 3: Yield point values of chocolate samples

	Mákkal készített minták (Pa) Products mixed with poppy seeds (Pa)			Mákliszttel készített minták (Pa) Products mixed with poppy seed flour (Pa)		
	2%	4%	6%	6%	8%	10%
egész / whole	13.93	10.38	11.26	18.96	16.08	27.08
darált / ground	7.17	8.29	6.24	-	-	-
konsolt / conched	13.32	14.8	18.17	20.09	38.77	34.07
fehér csokoládé white chocolate	7.27					

4. táblázat: A csokoládé minták Fmax értékei  
Table 4: Fmax values of chocolate samples

	Mákkal készített minták Products mixed with poppy seeds			Mákliszttel készített minták Products mixed with poppy seed flour		
	2%	4%	6%	6%	8%	10%
egész / whole	7.40	15.46	14.45	15.84	15.75	15.30
darált / ground	15.64	15.58	13.32	-	-	-
konsolt / conched	18.87	16.65	16.57	17.75	19.45	18.13
fehér csokoládé white chocolate	7.74					

#### 4.2.4. Folyáshatár-mérési eredmények

A kontrollként szolgáló fehér csokoládéhoz képest úgy, a mákos mint a máklisztes minták esetében nőtt a folyáshatár. Ez a növekedés az egészben adagolt mákos mintákhoz képest a konsolás hatására kisebb, míg a máklisztes mintáknál nagyobb mértékű volt. A darált mákos minták esetében a folyáshatár értékeinek változása semmilyen tendenciát nem mutatott. A varianciaanalízis eredményei alapján szignifikáns különbséget a mákkal készített minták között mutatunk ki. (**3. táblázat**)

#### 4.3. Az állományvizsgálat eredményei

Általánosan megállapítható, hogy az állománymérés során vizsgált 4 tényező ugyanazt a jelenséget támasztotta alá, ezért a csokoládé szerkezetét módosító hatást a leginkább elfogadott Fmax eredményeken mutatjuk be.

A **4. táblázatban** látható maximális erőértékek alapján megállapítható, hogy a kontrollmintához képest a 2% egészben adagolt mákos csokoládé állománya a kontrollal azonosnak bizonyult. Az összes többi minta vizsgálati eredményei a fehér csokoládéhoz képest nagyobb értéket mutattak, azaz a készítmények állaga keményebb lett a hozzáadott máktermék hatására. Az egészben adagolt mákos mintához képest a konsolás hatására kisebb, míg az egészben adagolt

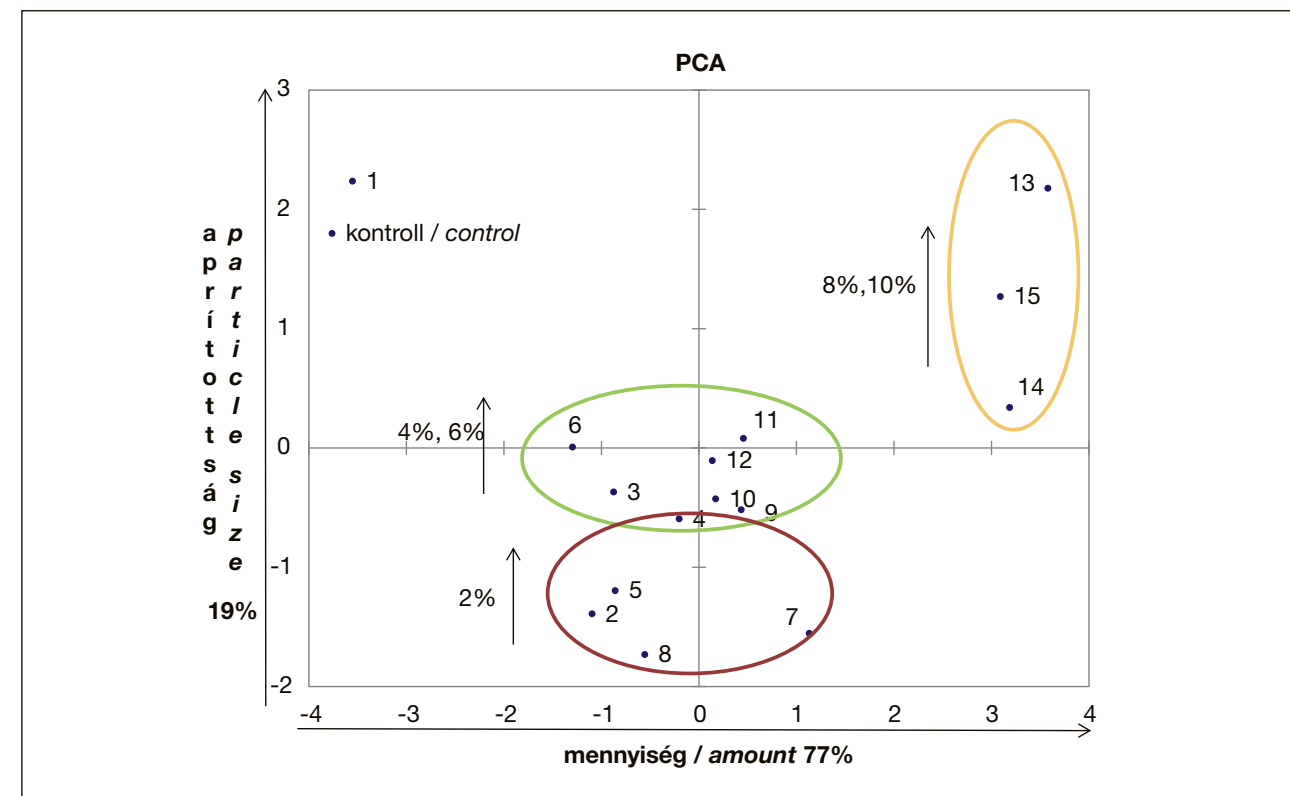
máklisztes mintákhoz képest nagyobb mértékű volt a növekedés. A darált mákos minták esetében az állománymérés során nem figyeltünk meg egyértelmű irányban változó tendenciát. A varianciaanalízis eredményei alapján mind a négy vizsgált paraméter esetében a mákliszttel készített minták között észleltünk szignifikáns különbségeket.

#### 4.4. Diszkriminancia-analízis eredményei

Annak érdekében, hogy a kísérleti minták reológiai és állománybeli tulajdonságait együttesen tudjuk értelmezni, többváltozós adatfeldolgozást – főkomponens-analízist (PCA – Principal Component Analysis) – is végeztünk. A varianciaanalízissel ellentétben a nem szignifikáns minták figyelembevételével képeztünk csoportokat úgy, hogy az eredmények összes szórásnégyzetét bontottuk fel csökkenő súlyú tényezők összegére. Ilyen módon a varianciaanalízishez képest szemléletesebb képet kaptunk a minták elkülönüléséről.

Az **5. ábra** alapján a minták az első két tényező függvényében vannak pozicionálva. A első főkomponens 77%-ot ír le, a minták az adagolt mennyiségek szerint rendeződnek és különülnek el a kontrolltól.

A második főkomponens, amely 19%-ban írja le az összes varianciát, az aprítottság mértékével hozható összefüggésbe.



5. ábra: A csokoládé minták főkomponens analízisének eredményei  
Figure 5: Principal component analysis results of chocolate samples



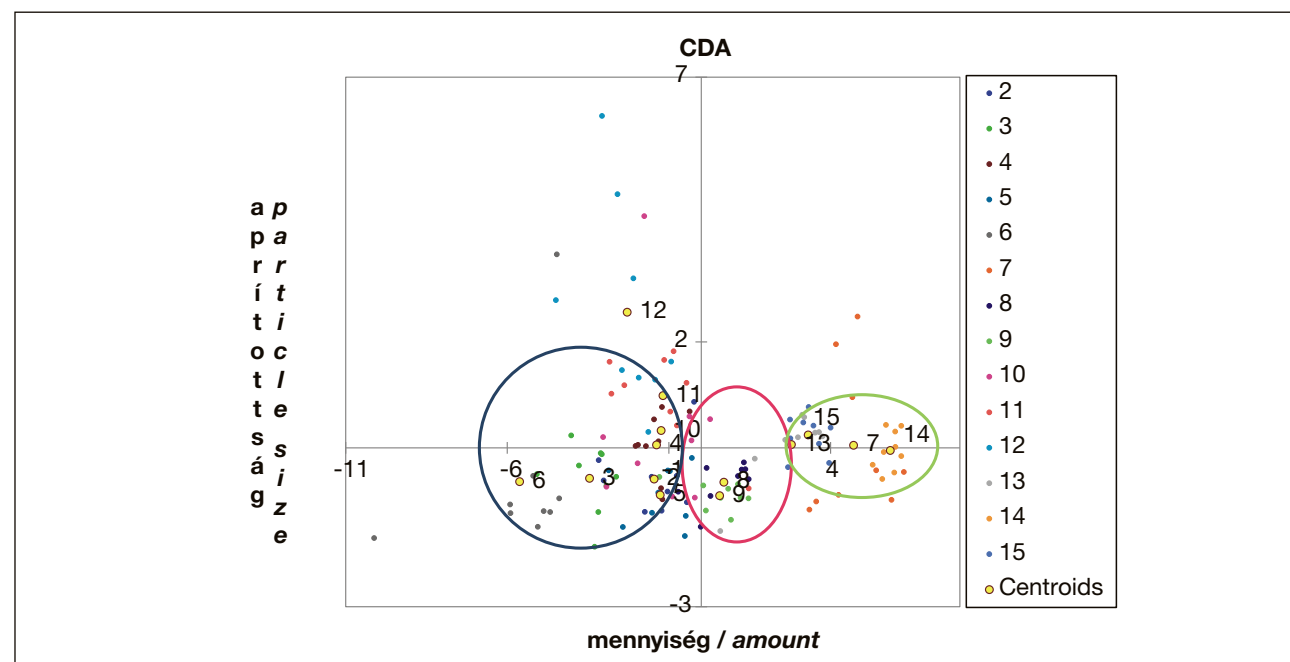
A **6. ábrán** a kanonikus diszkriminancia analízis eredménye látható, amely hasonló a főkomponens-analízis eredményeihez. Az ábrán a minták a két csoportosító függvény rendszerében vannak pozicionálva. Megállapítható, hogy az első csoportosító függvény az adagolt mák mennyiségével, a másik pedig a mák aprítottságának mértékével van összhangban.

A többváltozós analízis összességében arra mutatott rá, hogy nem csupán a hozzáadott mák aprítottságának mértéke, hanem az adagolt mákmennyiség is csoportosító jellel bír.

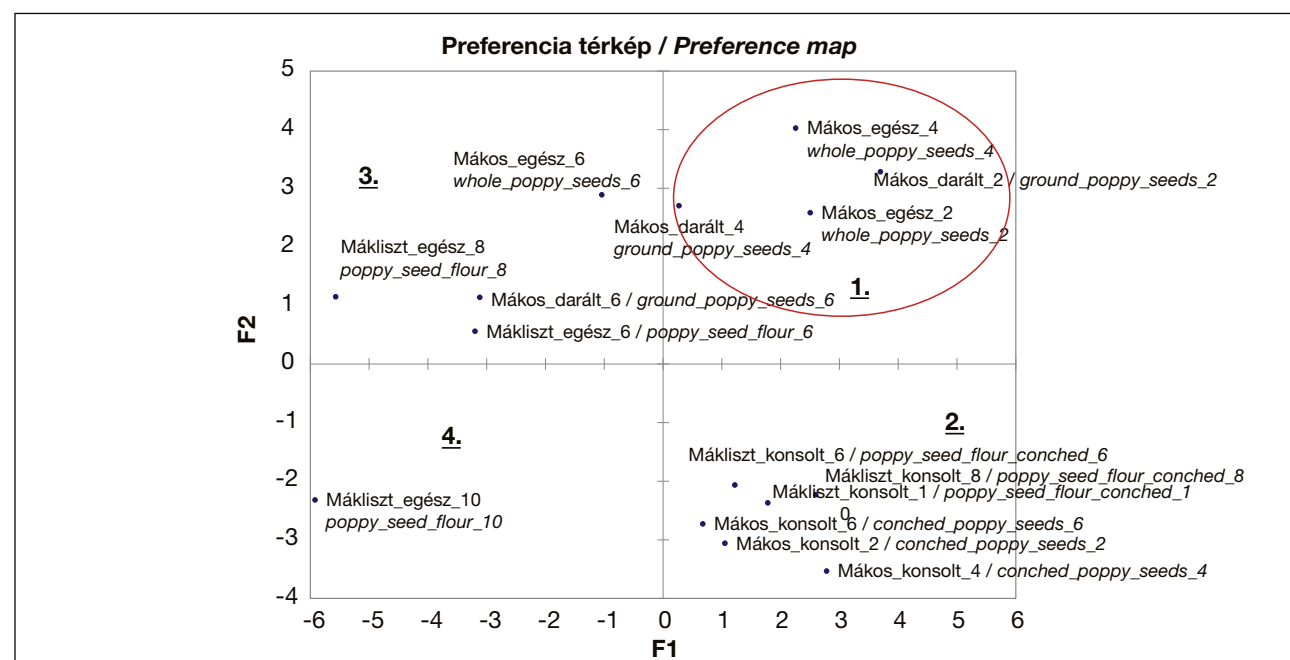
#### 4.5. Az érzékszervi bírálat eredményei

A **7. ábrán** látható preferencia-térkép a kísérleti minták halmazát négy részre bontotta fel. A jobb felső sarokban 1-sel jelölt negyed a leginkább kedvelt, 2-es a kevésbé, 3-as a még kevésbé és 4-es a legkevésbé kedvelt minták csoportját jelöli.

A fogyasztói érzékszervi bírálatok eredményeiből készített preferencia-térkép alapján elmondható, hogy a 42 fős bírálói csoport a 2%, illetve 4%-os, egész és darált mákkal készített mintákat kedvelte a leginkább, míg a 10%-os egész máklisztes minta volt a legkevésbé kedvelt.



6. ábra: A csokoládéminták diszkriminancia-analízisének eredményei  
Figure 6: Discriminant analysis results of chocolate samples



7. ábra: Az érzékszervi bírálatok preferencia-térképe  
Figure 7: Preference map of sensory tests

Eredményeink arra mutattak, hogy a fogyasztók a kisebb mennyiségben és egész mákszemeket tartalmazó mintákat találták a leginkább elfogadhatónak. Véleményünk szerint ezek a minták a további termékfejlesztéshez modell gyanánt is szolgálhatnak. A preferencia-térkép 2. negyedében a máktermék mennyiségétől és annak típusától függetlenül a konsolt minták különültek el. A kedveltségi teszteken ez a második leginkább kedvelt minták halmaza, termékfejlesztés szempontjából is. A 3. negyedben a nagyobb mák- és mákliszttartalmú, egészben és darált módon aprított mákkal dúsított minták találhatók. A 4. negyedben az egész máklisztes 10%-ban tartalmazó minta található, amelyet a fogyasztók a legkevésbé fogadtak el.

Az érzékszervileg leginkább elfogadott termék elkészítése további érzékszervi bírálatokat igényel. Eddigi eredményeink alapján a fogyasztók az egészben adagolt és alacsonyabb máktartalmú mintákat kedvelték a leginkább. Ezt az eredményt a további termékfejlesztések tervezése során célszerű figyelembe venni.

#### 5. Következtetések

Az aprítás során két ellentétes hatás együttesen van jelen a technológia során, miszerint az olajtartalom távozásával nő a csokoládé folytonos fázisa, segítve ezzel a rétegek egymáson való elcsúszását, míg az aprítás során nő az adott térfogategységre eső rézecskek száma, nehezítve a rétegek elmozdulását.

A fent említett hatások különböző mértékben érvényesülnek:

- a nagyobb olajtartalmú mákos mintáknál a rotációs viszkozimetriával kapott jellemzőknél,
- a kisebb olajtartalmú máklisztes mintáknál a penetrációs hatás esetében okoztak szignifikáns különbséget;

A minták jellemzői között a mákkal és mákliszttel készített masszák átlagos szemcseméretére vonatkozóan egyaránt szignifikáns különbség volt. A PCA és CDA eredményei alapján elmondható, hogy a mákos/máklisztes csokoládék csoportosítása esetén a fő tényező a csokoládéhoz adott mák/ máklisztes formája volt és a második a mennyiség hatása.

Eredményeink alapján megállapítható, hogy az általunk vizsgált egyik tényező hatását sem célszerű figyelmen kívül hagyni egy adott technológiai tervezés során, mivel a bemutatott vizsgálatok alapján a két hatás feltárásával nyert eredmények együttesen járulnak hozzá a csokoládék optimális reológiai jellemzőinek meghatározásához.

A technológiai felhasználást illetően az eredmények alapján megállapítható, hogy a nagyobb olajtartalmú, mákkal kevert minták a könnyebben adagolható, kenhetőbb és plasztikusabb szerkezetű anyagok kialakításához alkalmasak, mint például a töltött bonbonok.

A kisebb olajtartalmú máklisztes minták inkább a roppanósabb szerkezetű, keményebb és szilárdabb minták elkészítéséhez alkalmasabbak, szemben a táblás és szeletes termékekkel.

Vizsgálati eredményeink szerint a rendszer viselkedése az együtt aprítás során volt a legkiszámíthatóbb. Ennek ismerete a termék előállítását javító technológiai tervezés során nyújthat segítséget.

A fogyasztói bírálat eredményei alapján az érzékszervileg elfogadott termékek előállításához az egészben adagolt és kisebb máktartalmú minták szolgálnak alapul, de az optimális jellemzők meghatározásához további érzékszervi bírálatokat szükségesek.



A kép illusztráció / Picture is for illustration only  
Fotó/Photo: Shutterstock



## 6. Irodalom

- [1] Afoakwa E. O., (2010): Chocolate Science and Technology, John Wiley & Sons Ltd., Chichester, 35-36., 44-46.
- [2] Beckett, S. T., (2008): The Science of Chocolate 2nd Edition, The Royal Society of Chemistry, Cambridge, 13., 93-95.
- [3] Gacula, M., Rutenbeck, S., Pollack, L., Resurreccion, A.V.A., Moskowitz, H.R., The Just-About-Right intensity scale: Functional analyses and relation to hedonics, Journal of Sensory Studies 22 (2007): 194-211. doi:10.1111/j.1745-459X.2007.00102.x
- [4] Gere, A., Losó, V., Györey, A., Kovács, S., Huzsvai, L., Nábrádi, A., Kókai, Z., Sipos, L., (2014a.): Applying parallel factor analysis and Tucker-3 methods on sensory and instrumental data to establish preference maps: case study on sweet corn varieties. Journal of the Science of Food and Agriculture, 94, 3213-3225. doi:10.1002/jsfa.6673
- [5] Gere, A., Kovács, S., Pásztor-Huszár, K., Kókai, Z., Sipos, L., (2014b.): Comparison of preference mapping methods: a case study on flavored kefirs. Journal of Chemometrics, 28, 293-300. doi:10.1002/cem.2594
- [6] Gere, A., Sipos, L., Héberger, K., (2015): Generalized Pairwise Correlation and method comparison: Impact assessment for JAR attributes on overall liking. Food Quality and Preference, 43, 88-96. doi:10.1016/j.foodqual.2015.02.017
- [7] Gere, A., Szabó, Z., Pásztor-Huszár, K., Orbán, C., Kókai, Z. and Sipos, L. (2017): Use of JAR-Based Analysis for Improvement of Product Acceptance: A Case Study on Flavored Kefirs. Journal of Food Science, 82: 1200-1207. doi:10.1111/1750-3841.13701
- [8] Gere, A., Sipos, L., Kovács, S., Kókai, Z., Héberger, K., (2017): Which just-about-right feature should be changed if evaluations deviate? A case study using sum of ranking differences. Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems, 161, 130-135. doi:10.1016/j.chemolab.2016.12.007
- [9] Macsihin, Ju. A., Macsihin Sz. A., (1981): Élelmiszeripari termékek reológiája, Mezőgazdasági Kiadó, Budapest 102-103.
- [10] Meullenet, J.F., Xiong, R., Findlay, C. (2007): Multivariate and Probabilistic Analyses of Sensory Science Problems, 1st ed., Wiley-Blackwell, Ames, Iowa.
- [11] Minifie, B. W., (1989): Chocolate, Cocoa and Confectionery: Science and Technology 3rd Edition, An AVI Book, New York 135.
- [12] Mohos, F., (2006): Édesipari technológia I., FVM Képzési és Szaktanácsadási Intézet, Budapest 276., 339-341.
- [13] MSZ EN ISO 8586:2014 Érzékszervi vizsgálat. Általános útmutató a kiválasztott bírálók és az érzékszervi szakértő bírálók kiválasztásához, képzéséhez, valamint folyamatos ellenőrzéséhez
- [14] MSZ EN ISO 8589:2015 Érzékszervi vizsgálatok. Általános útmutató a bírálati helyiségek kialakításához (ISO 8589:2007)
- [15] Rothman, L., Parker, M.J. (2009): ASTM MNL63; Just about Right (JAR) Scales: Design, Usage, Benefits, and Risks, West Conshohocken, . doi:10.1520/MNL63-EB
- [16] Shirley, D., és Stanley, W., (1983): Statistics for research: John Wiley & Sons, Inc., Canada
- [17] Talbot, G., (2009): Science and technology of enrobed and filled chocolate, confectionery and bakery products. In: Wells, M., Controlling the rheology of chocolate and fillings., Woodhead Publishing Limited, Cambridge 26., 257-259.
- [18] Xiong, R., Meullenet, J.F., (2006): A PLS dummy variable approach to assess the impact of jar attributes on liking, Food Quality and Preference, 17 188-198. doi:10.1016/j.foodqual.2005.03.006



# KONFERENCIAFELHÍVÁS

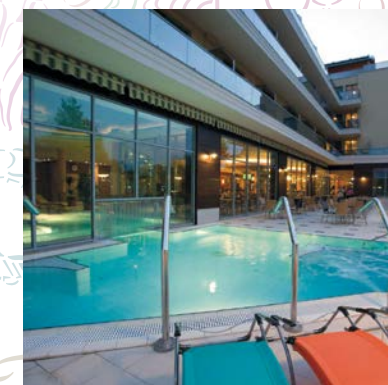
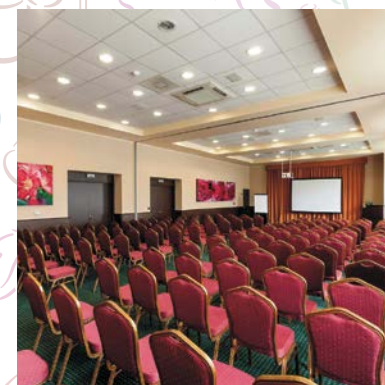
Örömmel értesítjük, hogy a Magyar Táplálkozástudományi Társaság idei Vándorgyűlését ismét egy csodás helyszínen, Matyóföld városában, Mezőkövesden rendezi meg.

A gyógyvizéről híres Zsóry-fürdőn fekvő szállodában, a **BALNEO HOTEL ZSORI THERMAL & WELLNESS**-ben tartjuk az eseményt, amelyről az alábbi linken tájékozódhat.  
<https://balneo.accenthotels.com/hu>

A konferencia időpontja: **2018. október 4-6.**  
Absztrakt beküldési határidő: **2018. június 30.**  
Elbírálás: **2018. július 31.**  
Befizetési határidő: **2018. augusztus 31.**

További részleteket a [www.mttt.hu](http://www.mttt.hu) honlapon találhat.

Kérjük, jegyezze be a naptárába az eseményt!  
**Sok szeretettel várjuk!**



## Kapcsolat:

Elnöki titkárság: 4032 Debrecen, Móricz Zs. krt. 22. / 4002 Debrecen, Pf:400  
Telefon: 06 52 25 52 52 Fax: 06 52 25 52 53  
E-mail: [mttt@sph.unideb.hu](mailto:mttt@sph.unideb.hu)  
[www.mttt.hu](http://www.mttt.hu)



Katalin Zay<sup>1</sup>, László Somogyi<sup>1</sup>, Anita Soós<sup>1</sup>

Received: January 2018 – Accepted: April 2018

# The effect of ground poppy seeds with different properties on the rheological properties of white chocolate

**Keywords:** poppy seed, white chocolate, strength research, rheological properties, product development

## 1. Summary

In the course of our research, white chocolate samples prepared using poppy seeds and poppy seed flour of different grain size and in different amounts were compared in order to be able to determine what kind of effect they had on the rheological properties of the finished products, i.e., how the penetration and rotational viscosity properties of the finished products were influenced. Based on the results of rotational viscometry, there was a significant difference between the samples that contained poppy seeds, depending on the poppy seed grain size. However, on the basis of the penetration measurement results, there was a significant difference between the samples containing lower oil content poppy seed flour, correlating to the grain size. During grinding, two opposite effects occur: on the one hand, removal of the oil content, and on the other hand, an increase in the number of particles in a given volume unit. In the technology, these two effects prevail together, but to varying degrees. There was a significant difference in the average particle size of the paste samples containing poppy seeds or poppy seed flour. Based on the results obtained using main component analysis and discriminant analysis it can be said that the main factor when classifying chocolates containing poppy seeds/poppy seed flour was the form of the poppy seeds/poppy seed flour added to the chocolate. The effect of the amount of the added poppy seeds/poppy seed flour was only secondary.

Based on the results of the consumer sensory evaluation, samples that contained whole poppy seeds in smaller amounts were most preferred by the consumers interviewed, while chocolates that contained larger amounts of whole poppy seed flour were less preferred.

## 2. Introduction

The poppy chocolate produced in the course of the research belongs to the group of single layer products, more specifically, to the complex composition suspensions. The dispersion medium in the molten chocolate is cocoa butter, and finely ground sucrose and the other components are suspended in this [12]. Chocolate is a unique food

that is solid at room temperature, while it easily melts in the mouth at around 37 °C during consumption. This property is due to cocoa butter [2]. The cocoa butter content of chocolate predominantly composed of saturated fatty acids. Its components include stearic acid (S, 34%), palmitic acid (P, 27%), and the monounsaturated oleic acid (O, 34%). Thus, the most characteristic triglycerides in cocoa butter are the esters of the above-mentioned fatty acids (POP,

POS, SOS) [1]. A specialty of this type of products is texture strength, which means that the molten fat is frozen, during which triglyceride molecules crystallize in the proper arrangement, and these crystal forms are responsible for the shell fracture and surface sheen of the chocolate [12].

Based on the vast majority of foods and the above-mentioned characteristics, chocolate paste displays a property characteristic of non-Newtonian liquids, meaning that its viscosity changes with shear stress [17]. The flow of non-Newtonian materials can be characterized by the Bingham test yield point equation [9]. The most common behavior is called pseudoplastic behavior, which means that viscosity decreases with increasing shear stress. This type of behavior is common in liquids such as molten chocolate. The viscosity of the chocolate paste is higher than that of cocoa butter, and it depends on the shear rate. Based on its rheogram it can be stated that its flow only starts after reaching the limit stress, and after passing the yield point, the starting viscosity of the paste is the highest, and the slope of it decreases with the gradual increase of the shear rate.

The rheological behavior of chocolate is described by Casson by the following equation:

$$\tau^{1/2} = \tau_{Ca}^{1/2} + (\eta_{Ca} \cdot \dot{\gamma})^{1/2} \quad (1)$$

The advantage of the Casson equation (1) is that the paste can be characterized by an easily linearizable formula, the Casson yield point and the Casson viscosity in a very wide shear stress and shear rate range.

There are several measuring instruments available for industrial viscosity measurements, but in the production of chocolate, mainly the use of rotational viscometers has gained acceptance, such as the MacMichael single-speed instrument, or the Brookfield and Haake multiple-speed instruments [11].

Sensory tests are usually carried out by trained and/or lay (consumer) judges. During the tests carried out with a trained panel, analytical questioning is applied, i.e., questions are aimed at the intensity values of the different organoleptic properties (e.g.: how intense the sweet taste of the sample is). Members of the trained panel are regularly trained, as detailed in standard MSZ EN ISO 8586:2014 [13]. The standard includes, among other things, instructions for the continuous evaluation of the performance of the judges. On the other hand, during consumer sensory tests, lay judges with no prior training are used. During the evaluations, only opinions regarding the popularity or some other characteristics of the product are elicited, no analytical questioning is used. Results of consumer evaluations can be used to describe consumer preference, together with either the data of trained judges or the results of instrumental analyses [4].

A distinct group of consumer sensory evaluations are the evaluations with optimum scales used in product development. Optimum scales are bimodal scales, which, in conjunction with the popularity scales, identify the organoleptic properties that affect popularity the most [5]. A number of methods for the evaluation of optimum scales are described in the literature. Examples include penalty analysis, opportunity analysis, PRIMO analysis [15], bootstrapped penalty analysis [10], linear regression [3], chi-squared test, Spearman rank correlation, multivariate regression [15], multivariate adaptive regression spline (MARS) [18], partial least squares regression [18], the generalization of pair correlation method [6] and the sum of ranking differences method [8]. The benefits of using optimum scales have been demonstrated in a recent publication using kefir as an example [7].

## 3. Materials and methods

### 3.1. Materials used

At the beginning of our work, a number of preliminary experiments were carried out, during which different amounts of poppy paste, and poppy seeds or poppy seed flour ground in various ways were added to commercially available milk, dark or white chocolates. Chocolate bars were evaluated by a group of 13 lay judges in a popularity test, during which mainly the preference for the poppy taste was examined, and then the results were valued using variance analysis.

Based on the results of these preliminary experiments, the most popular white chocolate was selected, which was a product containing 29.5% cocoa butter. The samples used in the tests were produced by adding whole poppy seeds or poppy seed flour to this product.

Poppy seeds were added to the paste whole, ground and conched in amounts of 2, 4 or 6%, while poppy seed flour was added whole and conched in amounts of 6, 8 or 10%. Poppy seeds were ground using a hand grinder for 2 minutes. Conching was carried out for 24 hours in a laboratory grinder and refiner conche. Based on the results of the preliminary experiments, the samples listed in **Table 1** were produced.

The samples prepared were evaluated by a consumer panel of 42 judges using optimum scales. Results of the optimum scales were evaluated using the penalty analysis method in order to determine which organoleptic properties affected product popularity the most. Based on the results, the most and least preferred chocolates were selected, and it was determined the tuning of which parameters would be useful during product development.

<sup>1</sup> Szent István University, Faculty of Food Science, Department of Grain and Industrial Plant Processing

### 3.2. Tools used

- Thermo Scientific HAAK Viscometer and iQ Rheometer,
- Stable Micro System (SMS) texture analyzer,
- hand-operated particle size analyzer,
- Red Jade sensory software;

### 3.3. Particle size determination

The particle sizes of the samples listed in **Table 1** and of the raw materials were determined using a hand-operated particle size analyzer. The individual raw materials were mixed in oil and applied to the surface of the probe. Particle sizes were given in micrometers.

### 3.4. Rheological testing of samples

White chocolate purchased as a standard and the samples were analyzed using a Thermo Scientific HAAKE-type viscometer and an iQ rheometer as functions of  $\gamma$  vs  $\eta$  and  $\gamma$  vs  $\tau$ , and the following parameters were determined:

- apparent viscosity = Casson viscosity (Pas)  
Apparent viscosity of the value of shear stress extrapolated to 0 shear rate.
- viscosity (Pas)
- shear stress (Pa)
- shear rate (1/s)

Viscosity and yield point readouts were plotted against the shear rate.

### 3.5. Texture analysis

For the determination of the texture of the chocolates, a Stable Micro Systems Texture Analyser was used with a 2 mm diameter needle-shaped probe. 9 parallel measurements were carried out for each chocolate sample. Results of the experiment were obtained as penetration values as a function of force (maximum force (N), force required to break the chocolate layer (N), compression work (Nmm) and gradient force (N/mm). Of the results obtained, the Fmax (N) maximum force describing the hardness was found to be the most characteristic. Its values are summarized in **Table 4**. For penetration testing, certified weights were used, but the results were given by the instrument in N, of course.

From the results obtained, mean and standard deviation values were calculated and these were compared.

The differences between the tested parameters of the samples were evaluated at a 5% significance level using variance analysis, based on the added amount and form of the poppy seeds. For the mathematical analysis of the data, the *least significant differences* (LSD) method was used, a condition for which was standard deviation homogeneity [16]. Sample grouping was carried out by SPSS-based *principal component analysis* (PCA) and *canonical discriminant analysis* (CDA), in order to determine the group-forming effect of the amount and particle size of the added poppy seeds and poppy seed flour.

### 3.6. Sensory tests

During the consumer sensory analysis of the samples, using penalty analysis, product properties were sought which affect consumer acceptance the most. With the help of the evaluation method it is possible to specify how much the individual properties, in this case the intensity values of poppy seeds/poppy seed flour differ from the optimum for consumers. Sensory tests were carried out in the Sensory Analysis Laboratory of the Faculty of Food Science of Szent István University using the Red Jade® sensory software. Samples were encoded with 4-digit random numbers so that the judges could not identify the individual chocolates. Neutral tasting non-carbonated mineral water was provided to the judges during the evaluation for taste neutralization. The evaluation room complied with the prescriptions of standard MSZ ISO 8589:2015 [14]. 42 consumer judges participated in the sensory evaluation. During the evaluation, optimum scales and a popularity scale were used to determine which product properties affected popularity significantly.

## 4. Results

### 4.1. Particle size determination

**Figure 1** and **Figure 2** show the particle sizes of chocolates with poppy seeds and poppy seed flour, respectively, based on which it can be stated that in the case of samples containing either poppy seeds or poppy seed flour, conching resulted in significant particle size reduction, compared to the product containing whole poppy seeds. In the case of samples containing poppy seeds, grinding also resulted in particle size reduction.

In the case of samples mixed with poppy seeds, particle size increased with increasing amounts of whole or ground poppy seeds. No significant increase was observed with increasing the amount of poppy seeds in the case of co-grinding. For the samples containing poppy seed flour, no particle size increase was observed either in the case of samples containing whole flour or conched samples, with increasing amounts of added flour.

## 4.2. Rheological analysis of the samples

In order to determine the rheological properties, both qualitative and quantitative evaluations were performed. Qualitative results are shown on the viscosity curves, while quantitative results are presented on the flow curves.

### 4.2.1. Viscosity results

**Figure 3** shows the viscosity curves of chocolates mixed with poppy seeds. Based on the curves it can be stated that the highest viscosity values were measured at the initial shear stress, and the viscosity values decreased with increasing shear rates. Based on these, the chocolate samples exhibit a thinning characteristic as a result of shearing. In the case of samples with poppy seeds, viscosity curves showed viscosity values of around 2 Pas.

**Figure 4** shows the viscosity curves of the samples containing poppy seed flour, also exhibiting the thinning characteristic as a result of shearing, similarly to samples mixed with poppy seeds. Higher shear rate curves of the samples with poppy seed flour, as opposed to samples with poppy seeds, showed a less pronounced tendency and had viscosity values around 5 Pas.

### 4.2.2. Shear stress results

Flow curves were similar to viscosity curves, but shear stress values increased with increasing rates, significant differences were found especially in the case of samples with poppy seed flour.

The Casson model, most widely used in industrial practice, was fitted to the results with a correlation coefficient of  $r > 0.9$ , which can be considered as accurate. From the flow curve,  $\tau_0$  (yield point) and  $\eta$  (apparent viscosity) were calculated.

### 4.2.3. Apparent viscosity results

Based on **Table 2** it can be stated that, in the case of samples prepared with whole poppy seeds, apparent viscosity values decreased as a result of co-grinding, while an increase in viscosity was caused by conching, compared to samples with added whole poppy seed flour. In the case of samples with ground poppy seeds, no trend in viscosity values could be observed.

Based on the results of variance analysis, there was a significant difference between samples prepared with poppy seeds. Apparent viscosity has a role in material transport, it is an important factor in adding the proper amounts of chocolate.

### 4.2.4. Yield point measurement results

Yield points increased in the case of both samples with poppy seeds and poppy seed flour, compared to the control white chocolate. This increase, as a result of conching, was smaller in the case of samples containing whole poppy seeds, and larger in the case of samples with poppy seed flour. In the case of samples with ground poppy seeds, no trend in yield point values could be observed. Based on the results of variance analysis, a significant difference was found between samples prepared with poppy seeds. (**Table 3**)

## 4.3. Results of texture analysis

Generally, it can be stated that the same phenomenon was supported by all 4 factors investigated during texture analysis, therefore, the modifying effect on the structure of chocolate is presented using the most widely accepted Fmax results.

Based on the maximum force values shown in **Table 4** it can be stated that the texture of the chocolate sample containing 2% whole poppy seeds was identical to that of the control sample. Analytical results of all the other samples showed higher values compared to white chocolate, so the texture of the products became harder as a result of the added poppy products. The increase was smaller compared to the sample containing whole poppy seeds, and larger compared to the sample containing whole poppy seed flour, as a result of conching. In the case of samples with ground poppy seeds, no clear trend could be observed during the texture analysis. Based on the results of variance analysis, significant differences were observed between the samples prepared with poppy seed flour for all four parameters investigated.

## 4.4. Results of the discriminant analysis

In order to be able to interpret the rheological and textural properties of the experimental samples together, multivariate data processing (Principal Component Analysis, PCA) was also carried out. Contrary to variance analysis, groups were formed by taking into account non-significant samples, so that the total standard deviation squares of the results were broken down into factors with decreasing weights. In this way, a more clear picture of the separation of the samples could be obtained, compared to variance analysis.

In **Figure 5**, samples are positioned as a function of the first two factors. The first principal component describes 77%, samples are arranged and separated from the control according to the quantities added.

The second principal component, describing 19% of the total variance, can be correlated to the particle size.



**Figure 6** shows the results of canonical discriminant analysis, which is similar to the results of principal component analysis. In the figure, samples are positioned in the system of two grouping functions. It can be stated that the first grouping function is in accordance with the amount of poppy seeds added, while the other one is in accordance with poppy seed particle size.

Overall, multivariate analysis showed that not only the particle size of the added poppy seeds, but also the amount of added poppy seeds has a grouping nature.

#### 4.5. Results of the sensory tests

In the preference map shown in **Figure 7**, the set of experimental samples is divided into four parts. The quarter marked with a 1 in the upper right hand corner designates the group of most favored samples, 2 designates less favored, 3 the even less favored and 4 the least favored samples.

Based on the preference map drawn from the results of consumer sensory tests it can be stated that the samples most preferred by the 42-person judging panel were the ones prepared with 2% or 4% whole or ground poppy seeds, while the one with 10% poppy seed flour was the least favored sample.

Our results showed that samples containing whole poppy seeds in smaller amounts were found to be most acceptable by consumers. In our opinion, these samples can serve as models for further product development. In quarter 2 of the preference map, conched samples were separated, regardless of the quantity and type of the poppy seed product. In popularity tests, this is the set of second most popular products, also in terms of product development. Quarter 3 contains products enriched with larger amounts of poppy seeds or poppy seed flour, either whole or in the ground form. Quarter 4 contains the sample with 10% whole poppy seed flour, which was least accepted by consumers.

Preparation of the most organoleptically accepted product requires additional sensory tests. Based on our results so far, samples added with whole poppy seed products and having lower poppy seed contents were most preferred by consumers. This result should be taken into consideration when planning further product development.

#### 5. Conclusions

During grinding, two opposite effects are present together in the technology, that is, as the oil content is removed, the continuous phase of the chocolate

increases, facilitating the sliding of the layers on each other, while grinding increases the number of particles per given volume, making the movement of the layers more difficult.

The above-mentioned effects prevail to different extents:

- significant differences are caused in the characteristics obtained by rotational viscometry in the case of poppy seed containing samples with higher oil content,
- and in the penetration effect in the case of poppy seed flour containing samples with lower oil content.

Among the characteristics of the samples, there was a significant difference in the average particle sizes of pastes prepared both with poppy seeds and poppy seed flour. Based on the results of PCA and CDA it can be stated that in the grouping of chocolates containing poppy seeds/poppy seed flour the main factor was the form of the poppy seeds/poppy seed flour, and the second factor was the effect of the amount.

Based on our results it can be stated that the effect of none of the factors investigated by us should be overlooked in a given technological design because, based on the analyses presented, the results obtained by revealing the two effects contribute to the determination of the optimal rheological properties of chocolates together.

As far as technological use is concerned, it can be concluded from the results that high oil content samples mixed with poppy seeds are suitable for producing more plastic materials that are easier to measure out and spread, such as stuffed bonbons.

Lower oil content samples with poppy seed flour are more suitable for the preparation of crunchier texture, harder and more solid samples, as opposed to bar products.

According to our test results, the behavior of the system was most predictable during co-grinding. Knowing this could be helpful in technological design aimed at improving product manufacture.

Based on the consumer sensory test, preparation of organoleptically accepted products should be based on samples containing whole poppy seeds in smaller amounts, but to determine optimal characteristics, further sensory tests are required.

#### 6. References

- [1] Afoakwa E. O., (2010): Chocolate Science and Technology, John Wiley & Sons Ltd., Chichester, 35-36., 44-46.
- [2] Beckett, S. T., (2008): The Science of Chocolate 2nd Edition, The Royal Society of Chemistry, Cambridge, 13., 93-95.
- [3] Gacula, M., Rutenbeck, S., Pollack, L., Resurreccion, A.V.A., Moskowitz, H.R., The Just-About-Right intensity scale: Functional analyses and relation to hedonics, Journal of Sensory Studies 22 (2007): 194–211. doi:10.1111/j.1745-459X.2007.00102.x
- [4] Gere, A., Losó, V., Győrey, A., Kovács, S., Huzsvai, L., Nábrádi, A., Kókai, Z., Sipos, L., (2014a.): Applying parallel factor analysis and Tucker-3 methods on sensory and instrumental data to establish preference maps: case study on sweet corn varieties. Journal of the Science of Food and Agriculture, 94, 3213–3225. doi:10.1002/jsfa.6673
- [5] Gere, A., Kovács, S., Pásztor-Huszár, K., Kókai, Z., Sipos, L., (2014b.): Comparison of preference mapping methods: a case study on flavored kefir. Journal of Chemometrics, 28, 293–300. doi:10.1002/cem.2594
- [6] Gere, A., Sipos, L., Héberger, K., (2015): Generalized Pairwise Correlation and method comparison: Impact assessment for JAR attributes on overall liking. Food Quality and Preference, 43, 88–96. doi:10.1016/j.foodqual.2015.02.017
- [7] Gere, A., Szabó, Z., Pásztor-Huszár, K., Orbán, C., Kókai, Z. and Sipos, L. (2017): Use of JAR-Based Analysis for Improvement of Product Acceptance: A Case Study on Flavored Kefir. Journal of Food Science, 82: 1200–1207. doi:10.1111/1750-3841.13701
- [8] Gere, A., Sipos, L., Kovács, S., Kókai, Z., Héberger, K., (2017): Which just-about-right feature should be changed if evaluations deviate? A case study using sum of ranking differences. Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems, 161, 130–135. doi:10.1016/j.chemolab.2016.12.007
- [9] Macsihin, Ju. A., Macsihin Sz. A., (1981): Élelmiszeripari termékek reológiája, Mezőgazdasági Kiadó, Budapest 102-103.
- [10] Meullenet, J.F., Xiong, R., Findlay, C. (2007): Multivariate and Probabilistic Analyses of Sensory Science Problems, 1st ed., Wiley-Blackwell, Ames, Iowa.
- [11] Minifie, B. W., (1989): Chocolate, Cocoa and Confectionery: Science and Technology 3rd Edition, An AVI Book, New York 135.
- [12] Mohos, F., (2006): Édesipari technológia I., FVM Képzési és Szaktanácsadási Intézet, Budapest 276., 339-341.
- [13] MSZ EN ISO 8586:2014 Érzékszervi vizsgálat. Általános útmutató a kiválasztott bírálók és az érzékszervi szakértő bírálók kiválasztásához, képzéséhez, valamint folyamatos ellenőrzéséhez
- [14] MSZ EN ISO 8589:2015 Érzékszervi vizsgálatok. Általános útmutató a bírálói helyiségek kialakításához (ISO 8589:2007)
- [15] Rothman, L., Parker, M.J. (2009): ASTM MNL63; Just about Right (JAR) Scales: Design, Usage, Benefits, and Risks, West Conshohocken,. doi:10.1520/MNL63-EB
- [16] Shirley, D., és Stanley, W., (1983): Statistics for research: John Wiley & Sons, Inc., Canada
- [17] Talbot, G., (2009): Science and technology of enrobed and filled chocolate, confectionery and bakery products. In: Wells, M., Controlling the rheology of chocolate and fillings., Woodhead Publishing Limited, Cambridge 26., 257-259.
- [18] Xiong, R., Meullenet, J.F., (2006): A PLS dummy variable approach to assess the impact of jar attributes on liking, Food Quality and Preference, 17 188–198. doi:10.1016/j.foodqual.2005.03.006

Kurucz Csilla<sup>1</sup>

## Nemzeti szabványosítási hírek

**2018. évben honosítandó európai/nemzetközi szabványok:**

ICS 67 Élelmiszeripar

EN 15587:2018 Gabona és gabonatermékek. Az idegenanyag-tartalom meghatározása búzában (*Triticum aestivum* L.), durumbúzában (*Triticum durum* Desf.), rozsban (*Secale cereale* L.), tritikáléban (*Triticosecale* Wittmack spp) és takarmányárpában (*Hordeum vulgare* L.)

ISO 6658:2017 Érzékszervi vizsgálat. Módszertan. Általános útmutató

ISO 13302:2003 Érzékszervi vizsgálat. Módszerek élelmiszerek csomagoló anyagból adódó zamat módosulásának vizsgálatára

A következő felsorolásban szereplő szabványok megvásárolhatók vagy megrendelhetők az MSZT Szabványboltban (1082 Budapest VIII., Horváth Mihály tér 1., telefon: 456-6893, telefax: 456-6841, e-mail: kiado@mszt.hu; levélcím: Budapest 9., Pf. 24, 1450), illetve elektronikus formában beszerezhetők a www.mszt.hu/webaruhaz címen.

A nemzetközi/európai szabványokat bevezetjük magyar nyelven, valamint magyar nyelvű címdallal és angol nyelvű tartalommal. A magyar nyelven bevezetett nemzetközi/európai szabványok esetén külön feltüntetjük a magyar nyelvű hozzáférést.

**2018. március–2018. május hónapban bevezetett szabványok:**

03.120.20 Terméktanúsítás és vállalttanúsítás. Megfelelőségértékelés

MSZ EN ISO/IEC 17025:2018 Vizsgáló- és kalibrálólaboratóriumok felkészültségének általános követelményei (ISO/IEC 17025:2017) (magyar nyelven megjelent), amely visszavonta az MSZ EN ISO/IEC 17025:2005-öt

13.060 Vízhőminőség

MSZ EN ISO 19340:2018 Vízhőminőség. Az oldott perklorát meghatározása. Ionkromatográfiás (IC-) módszer (ISO 19340:2017)

MSZ EN ISO 9696:2018 Vízhőminőség. Az összes alfa-aktivitás. Vastag rétegű sugárforrások vizsgálati módszere (ISO 9696:2017)

65.120 Takarmányanyagok

MSZ EN 17049:2018 Takarmány. Mintavételi és elemzési módszerek. A tilozin, a spiramicin, a virginiamycin, a karbadox és az olavindox azonosítása szubadditív szinteken, összetett takarmányban. Megerősítő vizsgálatok LC-MS-sel

MSZ EN 17053:2018 Takarmány. Mintavételi és elemzési módszerek. A nyomelemek, a nehézfémek és más elemek meghatározása takarmányban ICP-MS-sel (multimódszer)

65.160 Dohány, dohánytermékek és a velük kapcsolatos berendezések

MSZ ISO 13276:2018 Dohány és dohánygyártmányok. A nikotin tisztaságának meghatározása. Gravimetriás módszer szilikonvolfrámsav felhasználásával (magyar nyelven megjelent), amely visszavonta az MSZ ISO 13276:2003-at

ICS 67 Élelmiszeripar

67.050 Élelmiszertermékek vizsgálatának és elemzésének általános módszerei

MSZ EN 16618:2015 Élelmiszer-vizsgálatok. Az akrilamid meghatározása élelmiszerben folyadékkromatográfiás tandem-tömegspektrometriával (LC-ESI-MS/MS) (magyar nyelven megjelent)

MSZ EN 16619:2015 Élelmiszer-vizsgálatok. A benzo[a]pirén, a benz[a]antracén, a krizén és a benzo[b]fluorantén meghatározása élelmiszerekben gázkromatográfiás tömegspektrometriával (GC-MS) (magyar nyelven megjelent)

MSZ EN 16620:2015 Élelmiszer-vizsgálatok. A furán meghatározása kávéban és kávétermékekben gőztér-analízises (headspace) gázkromatográfiás tömegspektrometriával (HS-GC-MS) (magyar nyelven megjelent)

MSZ EN 16801:2016 Élelmiszerek. Az elemek és ezek kémiai specieszeinek meghatározása. A metil-higany

meghatározása tengeri eredetű élelmiszerekben izotóphígításos GC-ICP-MS-sel (magyar nyelven megjelent)

MSZ EN 16802:2016 Élelmiszerek. Az elemek és ezek kémiai specieszeinek meghatározása. A szervesetlen arzén meghatározása tengeri és növényi eredetű élelmiszerekben anioncserés HPLC-ICP-MS-sel (magyar nyelven megjelent)

67.060 Gabonafélék, hüvelyesek és a belőlük származó termékek

MSZ EN ISO 11746:2012/A1:2018 Rizs. A szemek biometrikus jellemzőinek meghatározása. 1. módosítás (ISO 11746:2012/Amd 1:2017), amely az MSZ EN ISO 11746:2012 módosítása

67.080.20 Zöldségek és a belőlük származó termékek

MSZ EN 12014-2:2018 Élelmiszerek. A nitrát- és/ vagy a nitrattartalom meghatározása. 2. rész: HPLC/IC módszer zöldségek és zöldségtermékek nitráttartalmának meghatározására, amely visszavonta az MSZ EN 12014-2:1999-et

67.220.10 Fűszerek és ízesítők

MSZ EN ISO 6571:2009/A1:2018 Fűszerek, ízesítők és gyógynövények. Az illóolaj-tartalom meghatározása (hidrodesztillációs módszer). 1. módosítás (ISO 6571:2008/Amd 1:2017), amely az MSZ EN ISO 6571:2009 módosítása

67.240 Érzékszervi vizsgálat

MSZ ISO 7304-1:2018 Durumbúzából készült dara és étkezési tészta. Az étkezési tészta főzési minőségének értékelése érzékszervi vizsgálattal. 1. rész: Referencia-módszer (magyar nyelven megjelent)

MSZ ISO 8588:2018 Érzékszervi vizsgálat. Módszertan. Az „A” vagy „nem A” teszt (magyar nyelven megjelent)

MSZ EN ISO 10399:2018 Érzékszervi vizsgálat. Módszertan. Duó-trió próba (ISO 10399:2017), amely visszavonta az MSZ EN ISO 10399:2010-et

**2018. március–2018. május hónapban visszavont szabvány:**

MSZ ISO 3975:1993 Élő vágólovak fogalom meghatározásai

### Review of national standardization

The following European/International standards are published in Hungarian in 2018:

ICS 67 Food technology

EN 15587:2018 Cereal and cereal products. Determination of Besatz in wheat (*Triticum aestivum* L.), durum wheat (*Triticum durum* Desf.), rye (*Secale cereale* L.), triticale (*Triticosecale* Wittmack spp) and feed barley (*Hordeum vulgare* L.)

ISO 6658:2017 Sensory analysis. Methodology. General guidance

ISO 13302:2003 Sensory analysis. Methods for assessing modifications to the flavour of foodstuffs due to packaging

The following Hungarian standards are commercially available at MSZT (Hungarian Standards Institution, H-1082 Budapest, Horváth Mihály tér 1., phone: +36 1 456 6893, fax: +36 1 456 6841, e-mail: [kiado@mszt.hu](mailto:kiado@mszt.hu), postal address: H-1450 Budapest 9., Pf. 24) or via website: [www.mszt.hu/webaruhaz](http://www.mszt.hu/webaruhaz).

**Published national standards from March, 2018 to May, 2018**

03.120.20 Product and company certification. Conformity assessment

MSZ EN ISO/IEC 17025:2018 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories (ISO/IEC 17025:2017) (published in Hungarian) which has withdrawn the MSZ EN ISO/IEC 17025:2005

13.060 Water quality

MSZ EN ISO 19340:2018 Water quality. Determination of dissolved perchlorate. Method using ion chromatography (IC) (ISO 19340:2017)

MSZ EN ISO 9696:2018 Water quality. Gross alpha activity. Test method using thick source (ISO 9696:2017)

65.120 Animal feeding stuffs

MSZ EN 17049:2018 Animal feeding stuffs: Methods of sampling and analysis. Identification of tylosin, spiramycin, virginiamycin, carbadox and olaquinox at sub-additive levels in compound feed. Confirmatory analysis by LC-MS

<sup>1</sup> Magyar Szabványügyi Testület (MSZT)

<sup>1</sup> Hungarian Standards Institution



MSZ EN 17053:2018 Animal feeding stuffs: Methods of sampling and analysis. Determination of trace elements, heavy metals and other elements in feed by ICP-MS (multi-method)

65.160 Tobacco, tobacco products and related equipment

MSZ ISO 13276:2018 Tobacco and tobacco products. Determination of nicotine purity. Gravimetric method using tungstosilicic acid (published in Hungarian) which has withdrawn the MSZ ISO 13276:2003

#### ICS 67 Food technology

67.050 General methods of tests and analysis for food products

MSZ EN 16618:2015 Food analysis. Determination of acrylamide in food by liquid chromatography tandem mass spectrometry (LC-ESI-MS/MS) (published in Hungarian)

MSZ EN 16619:2015 Food analysis. Determination of benzo[a]pyrene, benz[a]anthracene, chrysene and benzo[b]fluoranthene in foodstuffs by gas chromatography mass spectrometry (GC-MS) (published in Hungarian)

MSZ EN 16620:2015 Food analysis. Determination of furan in coffee and coffee products by headspace gas chromatography and mass spectrometry (HS GC-MS) (published in Hungarian)

MSZ EN 16801:2016 Foodstuffs. Determination of elements and their chemical species. Determination of methylmercury in foodstuffs of marine origin by isotope dilution GC-ICP-MS (published in Hungarian)

MSZ EN 16802:2016 Foodstuffs. Determination of elements and their chemical species. Determination of inorganic arsenic in foodstuffs of marine and plant origin by anion-exchange HPLC-ICP-MS (published in Hungarian)

67.060 Cereals, pulses and derived products

MSZ EN ISO 11746:2012/A1:2018 Rice. Determination of biometric characteristics of kernels. Amendment 1 (ISO 11746:2012/Amd 1:2017)

67.080.20 Vegetables and derived products

MSZ EN 12014-2:2018 Foodstuffs. Determination of nitrate and/or nitrite content. Part 2: HPLC/IC method for the determination of nitrate content of vegetables and vegetable products which has withdrawn the MSZ EN 12014-2:1999

67.220.10 Spices and condiments

MSZ EN ISO 6571:2009/A1:2018 Spices, condiments and herbs. Determination of volatile oil content (hydrodistillation method). Amendment 1 (ISO 6571:2008/Amd 1:2017)

67.240 Sensory analysis

MSZ ISO 7304-1:2018 Durum wheat semolina and alimentary pasta. Estimation of cooking quality of alimentary pasta by sensory analysis. Part 1: Reference method (published in Hungarian)

MSZ ISO 8588:2018 Sensory analysis. Methodology. „A” - „not A” test (published in Hungarian)

MSZ EN ISO 10399:2018 Sensory analysis. Methodology. Duo-trio test (ISO 10399:2017) which has withdrawn the MSZ EN ISO 10399:2010

**Withdrawn national standard from March, 2018 to May, 2018**

MSZ ISO 3975:1993 Definitions of living animals for slaughter. Horses

For further information please contact Ms Csilla Kurucz, sector manager on food and agriculture, e-mail: cs.kurucz@mszt.hu



A kép illusztráció / Picture is for illustration only  
Fotó/Photo: Shutterstock

**SHIMADZU**  
Excellence in Science

50<sup>th</sup> ANNIVERSARY  
Shimadzu  
Europa

UV-VIS Spektrofotométer  
**UV-1900**



## Irányítsd az utad

Az új UV-1900 UV-VIS NIR spektrofotométer biztosítja a leggyorsabb szkennelési funkciót az adatgyűjtéshez. Képes nagy pontosságú mennyiségi elemzésre és kis koncentrációban jelen lévő elemek detektálására is. Az új LabSolutions UV-Vis vezérlő szoftver rendelkezik döntéstámogató funkciókkal.

**Nagy teljesítményű mérések**  
köszönhetően a LO-RAY LIGH technológián alapuló nagy felbontásnak és érzékenységre

**Az iparág leggyorsabb szkennelési sebessége**  
biztosítva a mérés három másodpercen belüli lefolyását és a gyors kémiai reakciók követését

**Kiváló működés a gyors teljes körű elemzéshez**  
a könnyen kezelhető színes érintőképernyőn keresztül a nagy és segítő ikonokkal

**Megfelel a korszerű előírásoknak**  
mint például különböző országok gyógyszer-könyvei, GLP/GMP, FDA CFR Part 11, így tovább



[www.shimadzu.eu/navigate-your-way](http://www.shimadzu.eu/navigate-your-way)



## Forradalmasíthatják a mikroműanyag-vizsgálatokat



**Az első hazai mikroműanyag-vizsgálatok után ismét a Tisza vízgyűjtőjén vett mintákat vizsgáltak a kutatók. Mikroplasztikok a Tisza-tavat tápláló Eger-patak, a tározón belül található Nagy-morotva, valamint a Tisza folyó Tiszafürednél vett mintáiban is kimutathatók voltak.**

Aggasztó jelenség, hogy a nagy mennyiségű műanyag-felhasználás miatt már az édesvizekben is megjelentek az 5 mm-nél kisebb részecskék, vagyis a mikroműanyagok, amelyek környezetvédelmi és élelmiszer-biztonsági veszélyt is jelentenek, hiszen a vízi élőlények szervezetében koncentrálnak, a felületükön megtapadó szerves szennyezőket (növényvédő szerek, gyógyszermaradványok) pedig a halak szervezetébe juttatják.

A HappyFish projekt célja a halhús minőségét befolyásoló anyagok meghatározása, ennek részét képezik a mikroműanyag-vizsgálatok is. A projektet vezető WESSLING Hungary Kft. szakemberei mintaterületnek a Tisza-tavat választották, itt ugyanis több víztípus mintázása is kivitelezhető, a Tisza vizét pedig csatornákon keresztül számos Kelet-magyarországi halgazdaság használja.

A vízfolyásokból vett 1 m<sup>3</sup> mintában 10 db, jellemzően polipropilén (PP) és polietilén (PE) anyagú részecske jelent meg. A Nagy-morotvából származó mintában ez a két anyag hasonló koncentrációban jelent meg, azonban ezen felül poliészter részecskéket is detektáltak a kutatók, ezért itt magasabb az egysejnyi vízben mutatkozó mikroműanyag-koncentráció.

Az üledékmintákból a Tisza-tó mintavételi pontján a kutatók jellemzően 1 részecskét találtak kilogrammonként. A Nagy-morotvában polipropilént (PP), míg az Eger-patakban polisztirolt (PS) és poliamidot (PAM) mutattak ki. Ezek az értékek közelítenek a Tisza felsőbb szakaszán (Dombrád) nyáron vett mintában mért eredményekhez: ott 1,7 részecskét (polisztirol és politetrafluor-etilén) találtak 1 kg üledékben.

Az újabb eredmények fontos szerepet játszanak a HappyFish projektben (a halastavak mikroműanyag-tartalmának jövőbeli értékelésében), de

sajnos arra is rámutatnak, hogy a mikroműanyagok a hazai természetes vizekben is elterjedtek.

### Mikroműanyagok mintavétele másképp

A WESSLING Hungary Kft. munkatársai az egységes mintavételi eljárások kidolgozásával egy hiánypótló K+F projekt során forradalmasíthatják az édesvizek mikroműanyag-vizsgálatait.

A „Mikroműanyagok édesvízi mintavételi módszertanának és mintaelőkészítésének fejlesztése” címet viselő projekt fő célja az édesvízi rendszerek szennyezettségének felméréséhez újszerű, egységes mintavételi módszer fejlesztése, amelyet napjainkig sehol sem használtak. Így a kifejlesztett mintavételi eljárás jövőbeni szabványosítási törekvések alapjául szolgálhat. A pályázati főösszeg nettó 269 538 633 forint, ebből vissza nem térítendő támogatás nettó 138 586 808 forint. A Vállalatok K+F+I tevékenységének támogatása (Vállalati KFI\_16) pályázatot a Nemzeti Kutatási, Fejlesztési és Innovációs Hivatal írta ki, a vissza nem térítendő támogatást a Magyar Állam nyújtja. Ez a pénzügyi keret jelentősen hozzájárulhat az ágazat versenyképességének növekedéséhez, illetve nemzetközi szinten tudományosan is elismert eredmények megalkotásához.

### Parányi Plasztiktalány

A mikroműanyagok által hordozott környezeti, élelmiszer-biztonsági és humánegészségügyi kockázatok felméréséhez kellő pontossággal meg kell ismernünk a felaprózódott műanyag szennyezők elterjedését (anyagtípusok, alakok, mérettartományok), majd fel kell mérnünk az általuk okozott káros (ökotoxikológiai, egészségügyi, víz- és élelmiszerbiztonsági) hatásokat.

A WESSLING Közhasznú Nonprofit Kft. hamarosan úttörő projektbe fog: a Tisza után megméri a Duna és mellékfolyóinak mikroműanyag-szennyezettségét is. A téma iránt érdeklődők a folyamatot hamarosan a [www.mikromuanyag.hu](http://www.mikromuanyag.hu) honlapon is nyomon követheti majd, ahol a kutatást végző szakemberek hiánypótló tudásbázist is létrehoznak.

### Mire kell ügyelniük az étrend-kiegészítők gyártóinak és forgalmazóinak?

**Becslések szerint a sportolók 30 %-a doppingol, ám ebből átlagosan csak a 2 százalékot sikerül laboratóriumi vizsgálatokkal kimutatni – hangzott el WESSLING Tudásközpontban rendezett szakmai konferencián, amelynek középpontjában a tiltott szerek szabályozása, vizsgálata, egészségügyi kockázata állt.**

A sportolóknak nem könnyű eligazodniuk az Interneten keresztül és a kereskedelmi egységekben beszerezhető készítmények között. Dr. Tiszeker Ágnes, a

Magyar Antidopping Csoport (HUNADO) vezetőjét például havonta 40-50 kérdéssel keresik meg különféle étrend-kiegészítőkkal kapcsolatban. A WADA (World Antidoping Agency) minden évben frissíti a Tiltólistát. Ez minden év január elsejétől érvényes, amelynek betartását kormányrendelet is szabályozza. A listát a sportolóknak ismerniük kell.

Horváthné Soós Erika, a WESSLING Hungary Kft. étrend-kiegészítők tiltott hatóanyagait vizsgáló részlegének vezetője ugyancsak azt hangsúlyozta, hogy a doppingellenes küzdelem nagy felelősséget ró a gyártókra/forgalmazókra és a termékeket fogyasztó sportolóknak egyaránt.

Az étrend-kiegészítők vizsgálatával immár több, mint 10 éve foglalkozó WESSLING Hungary Kft. laboratóriumában a doppingmentesség-vizsgálatok során anabolikus szereket, hormonokat és metabolikus módosítókat, a kannabinoidok közé tartozó THC-t, stimulánsokat, narkotikumokat,  $\beta$ 2-agonistákat és  $\beta$ -blokkolókat elemeznek.

A forgalomban lévő étrend-kiegészítőkből számtalan tiltott szer jelenhet meg. Például gyógyszer hatóanyagok, prohormonok, „designer” anyagok kerülhetnek a termékekbe úgy, hogy ezt a gyártók nem tüntetik fel a termék címkéjén hatóanyag vagy szennyező anyag mennyiségben. Tiltott anyag szennyezőként több módon kerülhet egy termékbe, akár egy szennyezett alapanyaggal. Szennyezőkről akkor beszélhetünk, ha a tiltott anyag a hatásos mennyiség-nél kisebb koncentrációban van jelen a termékben, akár csak nyomokban, ennek ellenére elfogyasztása versenysportolók esetében pozitív doppingvizsgálati eredményt okozhat.

Annak, aki biztosra akar menni az általa fogyasztott étrend-kiegészítővel kapcsolatban, a laboratórium szakembere a Doppingmentes.hu weboldal tartalmának figyelemmel kísérését ajánlotta. Itt több száz olyan terméket tartanak nyilván, amelyek a WADA éves statisztikái alapján legtöbb pozitív vizsgálati eredményt adó komponenseket laboratóriumi vizsgálatok alapján igazoltan nem tartalmazzák.

Kindl Gábor, többszörös magyar triatlonbajnok elmondta: a sport közben nagy kihívás az energiaellátás (szénhidrátbevitel) biztosítása, de még ennél is fontosabb az izommunka során keletkezett hő kezelése, az izzadás során elveszített víz és ionok pótlása.

A fehérjefogyasztást nem szabad túlzásba vinni, és ellenőrizni kell a kellő mennyiségű omega-3 zsírsavak (DHA – dokoza-hexénsav és EPA – eikozapentaénsav) bevitelét, hiszen azok fontos szerepet játszanak a megterhelt szervezet regenerálódásban, és gyulladáscsökkentő hatásuk is van. A szervezeten belüli ion-egyensúly fenntartása, illetve helyreállítása a regeneráció „nulladik” lépése, mintegy megkerülhetetlen alap-körülmény biztosítása. Az élelmi rostok, vízben oldható növényi rostok (zabkorpa) gátolják az

enterohepatikus körforgást, ezáltal igen hatékonyan csökkentik a vér koleszterinszintjét.

Ugyancsak hasznosak a kefirben, joghurtban és a savanyú káposztában található laktobaktériumok. Az étrend fontos részei a zöldségek és a gyümölcsök, a megfelelő folyadékból pedig sportolóknak a terheléstől és a külső hőmérséklettől függően egy hosszabb versenyen legalább 3-5 liter bevittelt kell biztosítani.

### Ivóvíz-vizsgálatok: változik a szabályozás

**Változik az ivóvíz minőségére vonatkozó hazai szabályozás, egyre több növényvédő szer maradékát kell vizsgálni – köztük a vitatott helyezettű glifozátot is.**



Az EMMI tisztifőorvosi feladatokról felelős helyettes államtitkára nemrég módosította azoknak a peszticideknek (növényvédő szereknek) a körét, amelyeket az ivóvizekben 2018-tól kötelező vizsgálni. A környezetben már hosszú évtizedek óta jelen lévő perzisztens klórozott növényvédő szerek (ilyen például a DDT) mellett a vízbázisok biztonságát a mezőgazdaságban használt új vegyületek is kockáztatják, amelyek bomlástermékeikkel-együtt tovább szélesítik a vizsgálandó molekulák körét – mondta el az InGreen környezetipari magazinnak Palotai Zoltán, a WESSLING Hungary Kft. független laboratórium környezetvédelmi üzletágának vezetője.

Elég csak az évek óta vitatott környezetbiológiai és egészségügyi hatású, számos vitát kiváltó, gyakorlatilag az egész földgolyót beborító, és szinte minden gazdaságban jelen lévő növényvédő szerre, a glifozátra, illetve annak metabolitjára, az AMPA-ra (Aminometil-foszfonsav) gondolni. E két vegyület jelenlétét is vizsgálni kell az új rendeletmódosítás értelmében. Palotai Zoltán kiemelte, hogy az agrárium közel ezer növényvédő szer hatású vegyületet használ, a törvényalkotónak rendkívül meghatároznia, hogy melyek legyenek a vizsgált célkomponensek egy adott országban. Köztudomású, hogy a legnagyobb biztonságot az jelentené, ha a teljes spektrumot vizsgálnák, ám ez valójában nem teljesíthető, hiszen túlmutat a kockázat megszüntetéséhez szükséges befektetések ésszerűségén.



Mindazonáltal egy olyan, mintegy 650 növényvédő szer-hatóanyagot tartalmazó átfogó vizsgálati csomag, amelyet például a Wessling Hungary Kft. laboratóriuma képes nyújtani az érdeklődő ügyfeleknek – köztük természetesen a 2018-tól és 2019-től kötelezően vizsgálandó komponensekkel – megnyugtató választ adhat a felmerülő kockázatokkal kapcsolatos kérdésekre.

A vizek vizsgálatának szolgáltatási listájában végzett bővítés azért fontos, mert a szofisztikáltabb analitikai vizsgálatokkal tovább lehet bővíteni a hazai ivóvíz-szolgáltatás az eddiginél is biztonságosabbá válhat. Ennek révén Magyarország egyre jobb összhangba kerül az EU Víz Keretirányelv előírásaival, valamint az emberi fogyasztásra szánt víz minőségéről szóló 98/83EK-rendelet szemléletével.

## Nébih hírek



### Kifogásolt tejfölmiták

<http://portal.nebih.gov.hu/-/nem-fenekig-tejfel>



**Legújabb Szupermenta terméktesztjén a 20%-os zsírtartalmú tejfölöket ellenőrizte Élelmiszerbiztonsági és minőségi szempontból a Nemzeti Élelmiszerlánc-biztonsági Hivatal (NÉBIH). A 31 tejfölből 15-tel szemben kellett valamilyen kifogás miatt eljárást indítani, amiből 3 esetben élelmiszerellenőrzési bírságot is kiszabtak a NÉBIH ellenőrei.**

A Szupermenta termékteszttek sorában a magyar háztartásokban nagy gyakoriságban használt termék, a tejföl következett. A NÉBIH szakemberei összesen 31 féle – 29 hazai és 2 külföldi – terméket ellenőriztek. Az élelmiszerbiztonsági paramétereken túl az analízisek fókuszában a Magyar Élelmiszerkönyv előírásának való megfelelés állt.

A NÉBIH laboratóriumában elvégezték a legfontosabb mikrobiológiai vizsgálatokat, köztük meghatározták a kultúrából származó tejsavbaktériumok számát. Megmérték továbbá a tejfölök zsír- és szárazanyagtartalmát, zsírintes szárazanyagtartalmát és savfokát is. Az ellenőrző vizsgálatok során hamisításra és nem engedélyezett anyagok használatának ellenőrzését is végezték. Megnyugtató eredmény, hogy a vizsgált tejfölök mindegyike tejszínből és a tejföl gyártásához szükséges élő tejsavbaktériumokból készült. A termékeket nem hamisították növényi zsírral, illetve más adalékanyagot vagy lisztet sem adtak hozzá állományjavítás, sűrítés céljából. Egy tejfölnél penészesedés miatt kellett kifogást emelni, amit a hatósági érzékszervi vizsgálatok során tapasztaltak a szakemberek. A penészes tejföl romlottnak minősül ami, élelmiszerbiztonsági szempontból kifogásolható, ezért a NÉBIH élelmiszerellenőrzési bírságot szab ki a termék előállítójával szemben. Egy kifogásolt terméknél a tejsavbaktériumok száma nem érte el az élelmiszerkönyvben meghatározott mennyiséget (10<sup>6</sup>/g). E termék további hibája az volt, hogy jelölésén a tápértékeket nem táblázatos formában tüntették fel.

Komolyabb jelölési hibának számított, hogy egy terméken „gluténmentes” feliratot használt az előállító. Az ilyen „mentesség” jelölése azért szabálytalan, mert minden tejföl természetes módon gluténmentes, így a gluténmentes felirat félrevezető, egy nem létező többletértéket sugall a vásárlók számára. A NÉBIH kötelezte az előállítót a jelölés javítására. A legtöbb nem-megfelelőséget a zsírtartalom okozta. 13 tejfölnél a csomagoláson feltüntetettnél alacsonyabb zsírtartalmat mutatott ki a hatóság laboratóriuma. Egy külföldi terméknél az eltérés több mint 10%-os volt, így a hivatal a felelős vállalkozással szemben élelmiszerellenőrzési bírságot szabott ki. A többi 12 tejfölnél kismértékű volt az eltérés, ezért a NÉBIH az érintett vállalkozásokat figyelmeztetésben részesítette.

A NÉBIH 15 kifogásolt termék miatt indított eljárást. 12 termék gyártói figyelmeztetésben részesülnek, míg 3 termék előállítójára élelmiszerellenőrzési bírságot róttak ki, amelynek összege kb. 700.000 Ft-ot tett ki.

A tejfölök kedveltségi kóstolásán laikus és szakértő kóstolók bírálták a termékeket külső megjelenés, állomány, illat és íz alapján. A hatósági vizsgálatok nem megfelelő eredménye miatt 3 termék nem kaphatott helyezést, de ez a győztesek rangsorát nem befolyásolta. Végeredményben a 20%-os zsírtartalmú tejfölök versenyében első helyen a Coop sajátmárkás terméke végzett. Második lett a Magyar tejföl, míg harmadikként a Lipóti tejföl zárt.

További tudnivalók és a részletes vizsgálati eredmények elérhetők a NÉBIH Szupermenta termékteszt oldalán: <http://szupermenta.hu/a-tejfol-es-a-zsirtartalom/>

## Elkészült a 2018-as tavaszi szezonális ellenőrzés mérlege

<http://portal.nebih.gov.hu/-/elkeszult-a-2018-as-tavaszi-szezonalis-ellenorzes-merlege>

**A 2018-as tavaszi szezonális ellenőrzésen a hatóság szakemberei szinte minden területen javuló eredményeket tapasztaltak. Az egy hónapos kampány során 4.715 vizsgálatot végeztek, amelyből 88 figyelmeztetéssel, 154 bírsággal zárult, összesen mintegy 13,5 millió forint értékben. A több mint 20 ezer megvizsgált élelmiszer tételből 349-et, összesen mintegy 9,5 tonna terméket kellett kivonni a forgalomból.**

A 2018. március 1-jétől április 2-ig tartó tavaszi szezonális ellenőrzést Zsigó Róbert élelmiszerlánc-felügyeletért felelős államtitkár rendelte el. Az akciót a Nemzeti Élelmiszerlánc-biztonsági Hivatal (NÉBIH) koordinálta, míg magukat az ellenőrzéseket a járási hivatalok és a NÉBIH szakemberei végezték. A vizsgálatok az előállítás, a forgalmazás és a vendéglátás területére egyaránt kiterjedtek.

A tavaszi ellenőrzés időszakában a szakemberek ellenőrizték hagyományosan népszerű a sonkákat, a tojást, a különböző édességeket vagy az alkoholos italokat. Nem maradt el a szezonális zöldség- és gyümölcsfélék vizsgálata sem, újdonságként pedig a tojásfestékek kerültek az ellenőrzés látókörébe.

A 2017-es ellenőrzéssel nagyságrendileg azonos számú vizsgálatot végeztek a NÉBIH szakemberei. Öröndetes, hogy az előző évhez képest a szankciók között 18%-al kevesebb figyelmeztetés és 5%-al kevesebb bírság született. A feltárt hiányosságok között a nyomomon követhetőség területén volt a legjelentősebb javulás: amíg 2017-ben a termékek 2,5%-ánál tapasztaltak kifogásolható adatokat, addig ez az arány idén 1,3%-ra csökkent. Élelmiszervállalkozás tevékenységének korlátozására 11 esetben volt szükség.

A termékellenőrzések alkalmával a tavalyihoz képest szintén kevesebb élelmiszert kellett kivonni a forgalomból. A több mint 20 ezer élelmiszertétel 1,7%-a, összesen mintegy 9,5 tonna termék kapcsán kellett intézkedni. A hibaokok között első helyen továbbra is a fogyaszthatósági, illetve minőség megőrzési idő lejártá szerepelt, ami idén a tételek 1,2%-át érintette. A zöldség-gyümölcs vizsgálatok során kirívó esetnek számít, hogy egy forgalmazóval szemben a „hajdúsági torma” megnevezés jogosulatlan névhasználata miatt indult eljárás.

A NÉBIH laboratóriumában 38 tojásminta esetleges fipronil szennyezettségét, valamint 44 tojásfesték csomag (126 tojásfesték) színezék tartalmát is vizsgálták. A tojásminták egyikében sem volt kimutatható a fipronil, illetve fipronil-szulfon szermaradék. A festékeknél egy esetben fordult elő, hogy egy piros festék a jelölésen feltüntetett azorubin (E122) helyett

neokocint (E124) tartalmazott, ezért a hatóság kötelezte az előállítót a jelölés kijavítására.

A bárány- és nyúlshállítások ellenőrzése alkalmával országosan 508 szállítmányt (57.902 db szállított állat) vizsgáltak meg a hatósági állatorvosok. A nyúlshállítások ellenőrzése során egy alkalommal a járműre vonatkozó dokumentációs hiányosságot találtak a szakemberek, egy esetben pedig a nem megfelelő férőhely miatt kellett eljárást kezdeni.

## Újabb csattanó maszlaggal szennyezett fűszerkömény tételeket azonosított a NÉBIH laboratóriuma

<http://portal.nebih.gov.hu/-/ujabb-csattano-maszlaggal-szennyezett-fuszerkomeny-teteleket-azonositott-a-nebih-laboratoriuma>

**Csattanómaszlag szennyezettséget mutatott ki az Ázsia Vegyeskereskedelmi Bt. által csomagolt több örölt fűszerkömény tételben a Nemzeti Élelmiszerlánc-biztonsági Hivatal (NÉBIH) laboratóriuma. Az illetékes élelmiszerlánc-felügyeleti hatóság haladéktalanul elrendelte az érintett termékek visszahívását, de fontos, hogy a lakosság és a vállalkozók is ellenőrizzék készleteiket.**

Az április 25-i atropin mérgezéses esemény vizsgálata kapcsán jelenleg is széles körben zajlanak a fűszerkömény vizsgálatok, folyamatosan érkeznek a minták a NÉBIH laboratóriumába. Ennek során a szakemberek csattanómaszlag szennyezettséget mutatattak ki az Ázsia Vegyeskereskedelmi Bt. (1093 Budapest, Vármház krt. 5.) által csomagolt, alábbi jelölésű, örölt fűszerköményekben.

Megnevezés	Tételazonosító	Minőségmegőrzési határidő
Köménymag örölt 50 g	L 180605	2018.12.31.
Köménymag örölt 50 g	L 181328	2018.12.31.
Köménymag örölt 50 g	L 181620	2018.12.31.
Köménymag örölt 50 g	L 181509	2018.12.31.
Köménymag örölt 500 g	L 181329	2018.12.31.
Köménymag örölt 500 g	L 181006	2018.12.31.
Köménymag örölt 50 g	L 180426	2018.12.31.
Köménymag örölt 50 g	L 181009	2018.12.31.
Köménymag örölt 50 g	L 180315	2018.12.31.

A tételek visszahívását a területileg illetékes kormányhivatal haladéktalanul elrendelte.



A termék fogyasztása megbetegedést okozhat. A NÉBIH felhívja a lakosság és a vendéglátók figyelmét, hogy ha birtokukban van a jelzett köményből, azt ne használják fel. Emellett a hatóság kéri, hogy az érintett tétellel rendelkező élelmiszer-előállítók és –forgalmazók különítsék el a terméket, majd – a NÉBIH egyidejű értesítése mellett – vigyék vissza a beszerzés helyére. A hivatal általánosságban is javasolja, hogy a vizsgálatok befejezéséig a főzéshez mindenki – az őrölt kömény helyett – a szemes köménymagot részesítse előnyben, amit felhasználás előtt alaposan nézzen át, hogy nem tartalmaz-e szennyeződést.

### **Online tudástárat készített a NÉBIH az élelmiszeres tanúsító védjegyekről**

<http://portal.nebih.gov.hu/hu/-/online-tudastarat-ke-szittet-a-nebih-az-elelmiszeres-tanusito-vedjegyekrol>

**A vásárlók tájékozódásának segítése érdekében a NÉBIH honlapján ezentúl egy helyen és kereshető formában érhető el az élelmiszereken szereplő tanúsító védjegyek listája. Az online tudástár létrehozása – az Élelmiszerlánc-biztonsági Stratégiában szereplő tudásmegosztásra való törekvés mellett – összhangban áll a 1519/2017 (VIII.4.) Korm. határozat céljaival.**

A Kormány tavaly augusztusi határozatában az élelmiszerek minőségének emelését, a vásárlói tudatosság fejlesztését, valamint a hatósági tevékenység hatékonyságának növelését tűzte ki célul. Az akcióterv egyik sarkalatos pontja volt egy átfogó, a védjegyeket bemutató tudástár létrehozása. A védjegyek egyik funkciója ugyanis, hogy segítsék az embereket a tájékozódásban, így hozzájárulnak ahhoz, hogy a vásárlásaik során tudatosabban dönhessenek.

Védjegynek azokat a jelöléseket nevezzük, amelyek grafikai ábrázolhatók és a Szellemi Tulajdon Nemzeti Hivatala lajstromba vett, valamint az egyes áruk és szolgáltatások azonosítására, mások áruitól, illetve szolgáltatásaitól való megkülönböztetésére szolgálnak. E csoporton belül is kiemelkednek a tanúsító védjegyek. Esetükben ugyanis a védjegy használatának meg kell felelnie a védjegyhez kapcsolódó egyedi követelményrendszernek.

A NÉBIH új tudástára a tanúsító védjegyek közti eligazodást segíti. A tematikus aloldalon (<http://portal.nebih.gov.hu/vedjegyek>) az érdeklődők szűrhető táblázat, valamint képes védjegykereső segítségével is tájékozódhatnak az élelmiszereken szereplő tanúsító védjegyekről, az azokhoz kapcsolódó legfontosabb információkról, de anonim szavazás formájában akár azt is megoszthatják a hatósággal, hogy befolyásolják-e mindennapi döntéseiket a védjegyek.

A NÉBIH jövőbeni tervei között szerepel a védjegy tudástárban szereplő információk bővítése is.

### **Revolutionary changes in microplastic analysis**

**Following the first microplastic analyses in Hungary, samples taken in the catchment area of the river Tisza were analyzed again by the researchers. Microplastics could be detected in the samples taken from the Eger stream, a tributary of Lake Tisza, from the Great Morotva within the reservoir, and from the river Tisza at Tiszafüred.**

It is an alarming phenomenon that, due to the use of large amounts of plastics, particles smaller than 5 mm, i.e., microplastics are also present now in fresh waters, posing environmental and food safety hazards, as they are concentrated in the bodies of aquatic organisms, and thus the organic contaminants (pesticides, drug residues) adsorbed on their surface can enter the bodies of fish.

The goal of the HappyFish project is to determine substances that influence the quality of fish meat, including microplastic analysis. Lake Tisza was selected by the experts of WESSLING Hungary Kft., leader of the project, as the sample area, because several types of water can be sampled here, and the water of the Tisza is used through channels by several East Hungarian fish farms.

In the watercourses, there were 10 particles in 1 m3 of sample, typically made of polypropylene (PP) or polyethylene (PE). In the sample from the Great Morotva, these two materials were present in similar concentrations, however, polyester particles were also detected by the researchers, therefore, the microplastic concentration was higher here.

In the sediment samples taken at the sampling points of Lake Tisza, typically 1 particle was found in 1 kilogram. Polypropylene (PP) could be detected on the Great Morotva, while polystyrene (PS) and polyamide (PAM) in the Eger stream. These values are close to the ones measured in the samples taken in the summer in the upper part of the Tisza (Dombrád): there, 1.7 particles (polystyrene and polytetrafluoroethylene) were found in 1 kg of sediment.

The present results play an important role in the HappyFish project (in the future evaluation of the microplastic content of fish ponds), but unfortunately they also point out that microplastics are also common in domestic natural waters.

#### *A different sampling of microplastics*

By developing uniform sampling procedures, staff members of WESSLING Hungary Kft. can bring revolutionary changes to the microplastic analysis

of fresh waters during an R&D project filling a gap.

The main objective of the project titled „Development of the fresh water sampling methodology and sample preparation of microplastics” is to develop a uniform sampling method for the assessment of the contamination of fresh water systems, which has not been done before, and so it can serve as a basis for future standardization efforts. The total net amount of the grant is 269,538,633 HUF, of which 138,586,808 HUF is non-refundable subsidy. The tender titled Support of the R&D&I activities of corporations (Corporate RDI\_16) was announced by the National Research, Development and Innovation Office, and the non-refundable subsidy is provided by the Hungarian state. This financial budget can make a significant contribution to increasing the competitiveness of the sector and to the achievement of scientifically recognized results at the international level.

#### *Tiny plastic puzzle*

To assess the environmental, food safety and human health risks posed by microplastics, we have to determine their exact distribution (material types, shapes, size ranges), and then their harmful (ecotoxicological, health, water and food safety) effects need to be assessed.

Soon, a pioneering project will be launched by WESSLING Nonprofit Kft.: after the Tisza, the microplastic contamination of the Danube and its tributaries will also be assessed. The general public will soon be able to follow the process at the website [www.mikromuananyag.hu](http://www.mikromuananyag.hu), where a special knowledge base will also be created by the experts.

### **How to play it safe by the manufacturers and distributors of dietary supplements**

**It is estimated that 30% of athletes take performance enhancing drugs, but only 2 percent of this can be detected – this was said at the conference organized at the WESSLING Knowledge Center, which focused on the regulation, testing and health risks of prohibited substances.**

It is not easy for athletes to navigate through the world of drugs. For example, 40 to 50 questions are addressed to Dr. Ágnes Tiszeker, head of the Hungarian Anti-Doping Group (HUNADO) each month, regarding the various dietary supplements. The Prohibited List of WADA is updated every year. It is valid from January 1, and adherence to it is regulated by a government decree, which should be known to all athletes!

Erika Horváthné Soós, head of the Department of Testing Prohibited Substances in Dietary Supplements of WESSLING Hungary Kft. also emphasized that the anti-doping fight is a great responsibility for manufacturers/distributors and athletes alike.

In the laboratory of WESSLING, which has been analyzing dietary supplements for more than 10 years, during anti-doping tests, anabolic agents, hormones and metabolic modifiers, THC (one of the cannabinoids), stimulants, narcotics,  $\beta$ -agonists and  $\beta$ -blockers are analyzed.

A number of prohibited substances can be present in the dietary supplements that are on the market. For example, active pharmaceutical ingredients, prohormones, „designer” substances may be in the products, without them being indicated on the label by the manufacturers as either active ingredients or contaminants. Prohibited substances can enter a product as contaminants several ways, for example, with contaminated starting materials. We speak about contaminants if the amount of the prohibited substance is smaller than the effective amount, in certain cases even trace amounts, still, its consumption could result in positive doping test results in the case of competitive athletes.

To those who want to be on the safe side regrading dietary supplements, the website [Doppingmentes.hu](http://Doppingmentes.hu) was recommended by the expert of the laboratory. Here, they can find a list of several hundreds of products that are confirmed by laboratory analyses not to contain the components that produce most of the positive tests results, based on the annual statistics of WADA!

Gábor Kindl, multiple Hungarian triathlon champion said: during sport, it is a great challenge to ensure proper energy supply (carbohydrate intake), but even more important is to deal with the heat generated by muscle work, and to replenish the water and ions lost during sweating.

Protein consumption should not be overdone, and attention should be paid to fatty acids, since they play an important role in regeneration and have anti-inflammatory effects (DHA and EPA - Omega-3). Maintaining and restoring the ion balance of the body is step zero of regeneration! Dietary fibers and water-soluble plant fibers (oat bran) inhibit the enterohepatic circulation, thus effectively reducing blood cholesterol levels.

Also important are the lactobacilli found in kefir, yogurt and sauerkraut. Important parts of the diet are fruits and vegetables, and it is recommended that athletes drink 3 to 5 liters or even more of the adequate liquid, depending on the workload.



## Drinking water testing: changing regulation!

**There is a change in the Hungarian regulation regarding drinking water quality, more pesticides have to be analyzed – including the infamous glyphosate.**

The range of pesticides mandatory to be tested starting from 2018 has been recently modified by the deputy state secretary of EMMI (the Ministry of Human Capacities) responsible for chief medical officer tasks. In addition to the persistent chlorinated pesticides (such as DDT) that have been present in the environment for decades, new compounds used in agriculture also pose a risk to the safety of our water supply, and with their degradation products, i.e., their metabolites, the range of molecules to be analyzed is increased even further – said Zoltán Palotai, head of the Environmental Business Unit of the independent laboratory WESSLING Hungary Kft. to the InGreen environmental magazine.

Just think of the infamous and controversial pesticide glyphosate, which practically covers the entire planet and is present at virtually all farms, and its metabolite, AMPA. Soon, these compounds will have to be investigated as well.

It was emphasized by Zoltán Palotai that, while nearly one thousand compounds are used in agriculture, for legislators it is very hard to determine what the target components should be in a given country. Everyone knows that maximum safety could be achieved by analyzing the full spectrum, but this is not a realistic goal, since it would be well beyond the rationality of the investment needed to eliminate the risk.

Nevertheless, a comprehensive test package, such as the one that the WESSLING laboratory can offer to service providers with its 600 compounds, including, of course, all the components that will be mandatory to be tested starting from 2018 and 2019, can provide reassuring answers to the risks that arise.

This is important, because it makes the drinking water supply and consumption even safer and, in addition, it also makes sure that Hungary conforms to the regulations of the EU Water Framework Directive and the spirit of Council Directive 98/83/EC on the quality of water intended for human consumption.

## NFCSO news

### The cream of the crop

<http://portal.nebih.gov.hu/-/nem-fenekig-tejfel>

**In the latest Supermint product test of the National Food Chain Safety Office (Nébih), 20% fat content sour creams were analyzed. Of the 31 sour creams, proceedings because of some kind of problem were initiated against 15, and in 3 cases food control fines were imposed by the inspectors of Nébih.**

In the series of Supermint product tests, the next subject was the great favorite of Hungarian households, sour cream. A total of 31 products, 29 domestic and 2 foreign ones, were tested by the experts of Nébih. In addition to food safety parameters, the analyses focused on compliance with the Hungarian Food Codex.

In the laboratory of Nébih, the most important microbiological tests were carried out, including the determination of the number of lactic acid bacteria from the culture. The fat and dry matter contents of the sour creams were also determined, as well as their non-fat dry matter contents and acidities. Counterfeiting and the use of unauthorized substances were also checked by the experts.

It is a reassuring conclusion that all the sour creams tested were made from cream and live lactic acid bacteria necessary for the production of sour cream. Products were not counterfeited using vegetable fats, and other additives or flour was not added either in order to improve the texture or to make them thicker.

Mold was a problem in the case of one product, as it was found by the authority experts during organoleptic tests. Moldy sour cream is considered spoiled, which is objectionable from a food safety point of view, therefore, a food control fine is imposed by Nébih on the producer of the product.

Another problem was that, in the case of one product, the number of lactic acid bacteria was below the amount specified by the Food Codex (10<sup>6</sup>/g). The same product also had a problem that nutritional values were not indicated in a tabular form.

A more serious labeling mistake was that a product was labeled „gluten-free” by the manufacturer. This is objectionable, because all sour creams are naturally gluten-free, and so the gluten-free label is misleading, it implies the presence of a non-existent additional value for the customer. The manufacturer was ordered by Nébih to correct the label.

Most of the problems were due to the fat content. For 13 sour creams, the fat content found by the laboratory was lower than what was indicated on the packaging. For a foreign product, the difference was more than 10%, so a food control fine was

imposed on the responsible company. For the other 12 sour creams, the difference was small, therefore, a warning was issued by Nébih to the companies concerned.

Proceedings were initiated by Nébih against 15 products. Manufacturers of 12 products will be warned, while the manufacturers of 3 products will be fined for food control offenses, for a total fine of ca. 700,000 HUF.

In the test of sour creams, products were evaluated by lay and expert judges in terms of appearance, texture, smell and flavor. Because of the inadequate results of authority tests, 3 products could not receive a ranking, but the list of winners was not affected by this. In the end, the Coop sour cream finished first in the competition of 20% fat content sour creams. Hungarian sour cream finished second, while Lipóti sour cream came in third.

Further information and detailed test results are available at the Supermint product test page of Nébih: <http://szupermenta.hu/a-tejfol-es-a-zsirtartalom/>

## Balance of 2018 spring seasonal inspection complete

<http://portal.nebih.gov.hu/-/elkeszult-a-2018-as-tavaszi-szezonalis-ellenorzes-merlege>

**Experts have experienced improving results in almost all areas during the 2018 spring seasonal inspection. During the one-month campaign, 4,715 analyses were performed, 88 of which ended with warnings and 154 with fines, for a total of approximately 13.5 million HUF. Of the more than 20 thousand food lots examined, 349 had to be recalled, meaning roughly 9.5 tons of product.**

The spring seasonal inspection from March 1 to April 2, 2018, was ordered by Róbert Zsigó, state secretary responsible for food chain supervision. The operation was coordinated by the National Food Chain Safety Office (Nébih), while the inspections themselves were carried out by the district offices and the experts of Nébih. The analyses covered the areas of both production and distribution, as well as the hospitality sector.

During the spring campaign, traditionally popular products such as hams, eggs, various sweets and alcoholic beverages were checked by the experts. Testing of seasonal fruits and vegetables could not be left out, and as a novelty, egg dyes came under scrutiny.

Approximately the same number of analyses were performed by the experts as in the 2017 inspection. However, much more important is the fact that, compared to the previous year, considering the sanctions, 18% fewer warnings were issued and 5% fewer fines were imposed. Among the deficiencies discovered, the most significant improvement was observed in the area of traceability: while in 2017, problems were found by the inspectors in 2.5% of the cases, this year the ratio fell to 1.3%. Restrictions in the activities of food businesses were required in 11 cases.

Also, during product inspections, fewer food items had to be recalled than last year. Measures had to be taken in the case of 1.7% of the more than 20 thousand food items, affecting roughly 9.5 tons of product. Among the problems, in first place was still the use-by date and the shelf life, affecting 1.2% of the lots this year. During the inspection of fruits and vegetables it was an unusual case that proceedings had to be initiated against a distributor because of the unauthorized use of the name „Hajdúság horseradish”.

In the laboratory of Nébih, the possible fipronil contamination of 38 egg samples and the dye content of 44 egg coloring packets (126 egg dyes) were tested. No fipronil or fipronil sulfone residues could be detected in any of the egg samples. In the case of the dyes, there was a red dye that contained New Coccine (E124), instead of the azorubine (E122) indicated on the label, therefore, the manufacturer was ordered by the authority to correct the label.

When inspecting lamb and rabbit transports, 508 shipments (57,902 animals transported) were inspected in the country by authority veterinarians. There was a documentation deficiency of the vehicle in the case of a rabbit transport, and in another case, the experts had to proceed because of inadequate space.

## Further caraway seed lots contaminated with jimson weed identified by Nébih

<http://portal.nebih.gov.hu/-/ujabb-csattano-maszlaggal-szennyezett-fuszerkomeny-teteleket-azonositott-a-nebih-laboratoriuma>

**Jimson weed contamination was detected by the laboratory of the National Food Chain safety Office (Nébih) in several ground caraway seed lots packaged by Ázsia Vegyeskereskedelmi Bt. Recall of the products concerned was ordered immediately by the competent food chain supervision authority, but it is important that the population and businesses check their stocks as well.**



In connection with the April 25 atropine poisoning, caraway seed analyses are currently being carried out on a large scale, and samples are arriving continuously to the laboratory of Nébih. In the course of this, jimson weed contamination was detected by the experts in the ground caraway seeds packaged by Ázsia Vegyeskereskedelmi Bt. (1093 Budapest, Vámház krt. 5.). The lots concerned are as follows:

Name	Lot ID	Shelf life
Ground caraway seeds 50 g	L 180605	December 31, 2018
Ground caraway seeds 50 g	L 181328	December 31, 2018
Ground caraway seeds 50 g	L 181620	December 31, 2018
Ground caraway seeds 50 g	L 181509	December 31, 2018
Ground caraway seeds 500 g	L 181329	December 31, 2018
Ground caraway seeds 500 g	L 181006	December 31, 2018
Ground caraway seeds 50 g	L 180426	December 31, 2018
Ground caraway seeds 50 g	L 181009	December 31, 2018
Ground caraway seeds 50 g	L 180315	December 31, 2018

Recall of the lots was ordered immediately by the competent regional government office.

Consumption of the product may result in illness. Nébih warns the public and catering businesses that if they are in the possession of the above-listed caraway seeds, do not use it.

In addition, the authority requests that food producers and distributors in possession of the lots in question, isolate the product and return it to the place of purchase, while at the same time notifying Nébih.

In general, the office recommends that, until the tests are completed, everyone uses whole caraway seeds instead of ground ones, and examine them thoroughly before use to make sure that they are not contaminated.

### Online knowledge base created by Nébih on food certification trademarks

<http://portal.nebih.gov.hu/hu/-/online-tudastarat-keszített-a-nebih-az-elelmiszeres-tanusito-vedjegyekrol>

In order to help consumers find the information they need, from now on the list of food certification trademarks will be available at the Nébih website in a searchable form. In addition to the endeavor to share knowledge as required by the Food Chain Safety Strategy, the creation of the online knowledge base is in line with the goals of government resolution 1519/2017 (VIII. 4.).

In its resolution of last August, the government set the objectives of improving food quality, increasing consumer awareness and enhancing the efficiency of authority activities. One of the cornerstones of the action plan was the creation of a comprehensive knowledge base presenting the trademarks. This is so, because one of the functions of the trademarks is to help people keep informed, thus contributing to conscious decisions during their purchases.

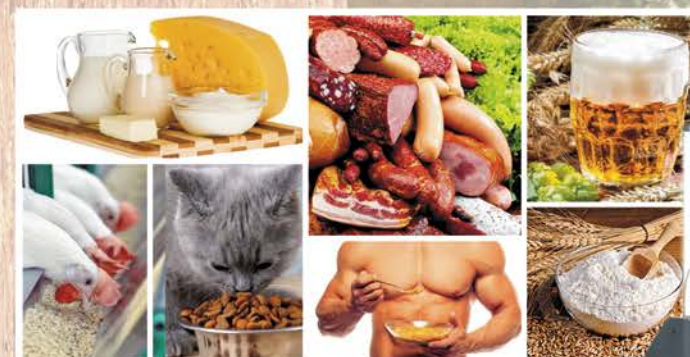
Trademarks are markings that can be represented graphically, are registered by the Hungarian Intellectual Property Office, and can serve to identify certain goods and services, as well as to distinguish between them and the goods or services of others. A special place is reserved within this group for certification marks. In their case, the user of the mark has to comply with the specific requirements of the certification mark.

The new knowledge base of Nébih helps you to navigate in the world of certification marks. At the thematic subpage (<http://portal.nebih.gov.hu/vedjegyek>), interested people can find information about the certification marks found on foods and the most important information about them with the help of a filterable table and an illustrated trademark search engine, and even share with the authority, in the form of anonymous voting, whether trademarks influence their everyday decisions.

Future plans of Nébih include the expansion of the information contained in the trademark knowledge base.

# NITROGÉN / FEHÉRJE ANALIZÁTOROK

**Egyetlen, évekig stabil kalibrációval  
mérhető valamennyi mintaféleség szabványosan!**



- élelmiszerek
- talajok, növények
- gabonák, tápok
- bioiszapok vizsgálatához



## Egyedülálló előnyök:

- \* gyors és olcsó mérés: 4 perc/minta (napi >300 minta)
- \* makro bemérés: 1g-ig / 5g-ig, detektálás: 500 mg N abs.
- \* egyszerű felépítés, olcsó üzemeltetés CO2 gázzal, felügyelet nélkül
- \* önregeneráló redukciós egység: karbantartás 2000 mérésenként
- \* megbízható eredmények, kétfokozatú tökéletes égetés
- \* évekig stabil kalibráció - egyetlen kalibráció minden mintára
- \* extrém hosszú élettartam: a fő egységekre **10 év garancia**
- \* bemérés 5mL-es acéltégelybe, mintaelőkészítés nélkül (MAX)



## EFSA

<https://www.efsa.europa.eu/en/news>

**Fipronil: megjelentek a nyomon követő vizsgálatok eredményei**



**Az EFSA közzétette azoknak az élelmiszer-adatoknak az elemzését, melyeket tavaly nyáron a fipronil maradványok tojásban történt széles körű kimutatását követően gyűjtöttek.**

2017 júliusában a belga hatóságok fipronil maradványokat mutattak ki tojásokban, aminek következtében az Európai Unióban több millió tojást hívtak vissza. A szennyeződést nem engedélyezett állatgyógyászati készítmények baromfitelepeken történő illegális felhasználása okozta.

A tagállamok több mint 5.000, 2017. szeptember 1. és november 30. között gyűjtött tojás- és csirkeminta eredményeit küldték el az EFSA-nak.

A mintákban fipronilt és az Európai Bizottság által meghatározott egyéb hatóanyagokat kerestek. A vizsgálatok azt mutatták, hogy 742 minta tartalmazott szermaradékot a törvényi határértéket meghaladó mennyiség-

ben, és ezek szinte minden esetben a fipronillal voltak kapcsolatosak.

A túllépések többségét gyanús mintákban tapasztalták – amelyek olyan termékekből vagy termelőktől származtak, melyek esetében az illegális felhasználás tudott vagy feltételezett volt. A törvényi határértékeket túllépő termékek nyolc tagállamból származtak: Hollandia, Olaszország, Németország, Lengyelország, Magyarország, Franciaország, Szlovénia és Görögország.

Az érintett élelmiszer-termékek főként feldolgozatlan csirke tojások és tojótúrák zsírja voltak. Néhány túllépést jelentettek tojótúrák izomzata és tojáspor esetében is. A jelentést megosztották a kockázatkezelőkkel uniós és tagállami szinten.

**Növényvédő-szerek: befejezéséhez közeledik a kumulatív kockázatokra vonatkozó kísérleti értékelés**



Az EFSA közel áll ahhoz, hogy befejezen két alapvető jelentőségű értékelést többféle peszticidnek a fogyasztókra jelentett kockázatairól.

Ezeket az értékeléseket a Monte Carlo Risk As-

essment (MCRA, Monte Carlo Kockázatértékelés) eszköz tette lehetővé, amelyet a holland Országos Közegészségügyi és Környezeti Intézet (RIVM) fejlesztett ki, szoros együttműködésben a Biometris-szel, mely a wageningeni egyetem és kutatóközpont része. Az eszközt úgy alakították át, hogy az EFSA és a RIVM között fennálló partnerség részeként képes legyen a kumulatív peszticid kitettség értékelésére.

A szoftvert tovább fogják finomítani, és kiegészítik egy olyan adatmodellel, amely teljesen kifejlesztett állapotában minden olyan információt tartalmazni fog, amely a teljes törvényi kockázatbecslés elvégzéséhez szükséges. Az adatmodellre vonatkozó javaslatot a mai napon teszik közzé.

Az adatmodell leírja a logikai kapcsolatokat és az áramlást a különböző adatelemek között. Ezen kívül meghatározza, hogy az adatokat hogyan tárolják és hívják elő. Az adatmodell létfonosságú egy egységesített, kompatibilis adatokból álló adatbázis létrehozásához.

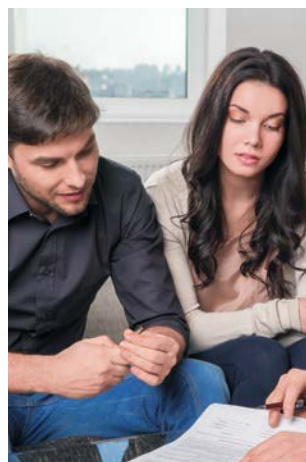
A pajzsmirigy és az idegrendszer értékelésében figyelembe veendő anyagokat az EFSA peszticid szakértői azonosították, egy olyan módszertant alkalmazva, melyet kifejezetten arra terveztek, hogy a peszticideket „kumulatív értékelési csoportokba” (cumulative assessment groups, CAGs) sorolja. Az elkövetkező években más szervekre, szövetekre és rendszerekre, mint például a máj, a vese, a szemek és a reproduktív és

fejlődési rendszerek, is meghatározzák a CAG-okat.

A módszertan azon a feltételezésen alapul, hogy az ugyanazokat a konkrét hatásokat kiváltó peszticidek kumulatív toxicitást eredményezhetnek, még akkor is, ha hatásmechanizmusuk eltér egymásától.

Az élelmiszerekben található megengedett növényvédőszer-maradékok határértékeire (MRLs) vonatkozó EU rendelet előírja, hogy az MRL-ekre vonatkozó döntések során figyelembe kell venni a peszticidek kumulatív hatását, ahogy és amikor az ilyen hatások értékelésére alkalmas módszerek rendelkezésre állnak. Ezenkívül a peszticidek forgalomba hozatalára vonatkozó rendelet kimondja, hogy a peszticideknek nem szabad az emberekre nézve káros hatásokkal rendelkezniük, beleértve a kumulatív hatásokat.

**Miért fontos a tudományos bizonytalanságok közlése?**



**A tudományos ismeretek korlátainak, a „bizonytalanságoknak” a magyarázatára az EFSA tudósai egy**

**összehangoltabb és átláthatóbb módot vezetnek be tudományos értékeléseikben. Javasolt kommunikációs megközelítésünk célja, hogy segítse különféle közönségeinket ennek az információnak a megértésében, azáltal, hogy azt egy, az igényeikhez igazodó, hozzáférhetőbb nyelven biztosítja.**

Kommunikációs megközelítésük tesztelése és fejlesztése érdekében különösen a következőktől szeretnének hallani:

– *Tudományos kommunikátoroktól*, mint például íróktól, szerkesztőktől, újságíróktól, a sajtó és a nyilvánosság tájékoztatásával foglalkozó tisztviselőktől a 3. szakasszal kapcsolatban, amely a bizonytalanságok közlésére vonatkozó gyakorlati útmutatót tartalmazza – mennyire érthető és követhető? Tudnának-e használni egy ilyen dokumentumot, és ha nem, hogyan lehetne használhatóbbá tenni?

– *A tudományos bizonytalanságok közlésére specializálódott társadalomtudósoktól és akadémikusoktól*: léteznek-e további kutatási eredmények arról, hogyan értik a különféle közönségek a valószínűséget, a verbális és numerikus információk közötti különbségekről, és az óvatoskodó szavakról, valamint a vizuális eszközök használatáról a bizonytalanság kommunikálásában?

– *Döntéshozóktól, tudományos érdeklőktől, az élelmiszerbiztonsági és közegészségügyi*

*területek érintettjeitől*, akik az EFSA közleményeit használják, vagy más nemzeti, európai vagy nemzetközi tudományos tanácsadó testületek tagjaitól: vannak-e olyan meglátásaik vagy tapasztalataik, melyek segíthetnek megközelítésünk javításában? Hogyan lehet ezt a megközelítést úgy átdolgozni, hogy segítsen egy bizonytalansági elemzés eredményeinek megértésében vagy elmagyarázásában?

## Food Safety News:

<http://www.foodsafetynews.com/>

**Az FSIS készen áll az amerikai hús és baromfi dioxinvizsgálatára**



**A szövetségi ügynökségek készen állnak arra, hogy megkezdjenek egy 1 évig tartó vizsgálati programot, melynek során amerikai marhahúsban, sertéshúsban és baromfiban fogják mérni egy rendkívül mérgező vegyületcsoport, az ún. dioxinok szintjét, melyek legismertebbek az Agent Orange-ban és más gyomirtókban történő felhasználásukról.**

Az USDA Élelmiszer-biztonsági Ellenőrzési Szolgálat (FSIS) által vezetett 2018-as dioxin-ellenőrzés a szövetségi Mezőgazdasági Kutató Szolgálattal (ARS) és a Red River Valley Mezőgazdasági Kutatóközponttal ( Fargo, ND) együttműködésben zajlik majd.

Ez a negyedik hasonló felmérés ötvenente ismétlődő ciklusokban. Az FSIS szövetségi partnerekkel működik együtt, beleértve az ARS-t, az USA Környezetvédelmi Hatóságát (EPA), vagy az amerikai Élelmiszer- és Gyógyszerengedélyeztetési Hivatalt (FDA). A korábbi dioxinellenőrzéseket 2003-ban, 2008-ban és 2013-ban végezték.

Az USA Nemzeti Egészségügyi Intézete (NIH), az EPA, az Egészségügyi Világszervezet (WHO) és más közegészségügyi szervezetek szerint a dioxinok egy közegészségügyi problémát jelentő vegyületcsoport. Általában nagyon alacsony szinten, de a vegyületek széles körben megtalálhatók a természetes környezetben.

A dioxinok használatát gyomirtókban az EPA 1979-ben betiltotta, miután megvizsgálta az emberre jelentett veszélyükre vonatkozó bizonyítékokat, különös tekintettel széles körű felhasználásukra Vietnamban az amerikai hadsereg által. A dioxin-tartalmú gyomirtók rendkívül népszerűek voltak az amerikai gazdák körében is, mert a földeket megtisztították a kétéltű gyomoktól, növelve a terméshozamokat és lehetővé téve a fű növekedését.

Az NIH és a WHO szerint az USA-ban élő emberek számára manapság a fő expozíciós utat az élelmiszerek jelentik. A dioxinokat az állatok zsírszövetei veszik fel és tárolják, ennél fogva azok a Nemzeti Egészségügyi Intézet szerint felhalmozódnak az élelmiszerláncban. Az emberi expozíció több mint 90%-a az élelmiszerekkel történik, jelentette az egészségügyi hivatal.

Az amerikai és nemzetközi egészségügyi intézmények szerint az élelmiszerek dioxinszennyeződésének legfőbb oka gyakran a szennyezett takarmány.

Az ARS és az FSIS elemezni fogja az összegyűjtött adatokat, folytatva a dioxinszintek monitorozását az állati zsíradékban, és értékeli a dioxinszintek alakulását a háziállatokban és baromfiban. Ezeket az adatokat arra használják majd, hogy felderítsék és azonosítsák a dioxinok lehetséges forrásait az élelmiszerellátásban, és hogy eldöntsék, indokolt-e jogszabályi intézkedés az FDA vagy az EPA részéről.

Az ügynökség értesíteni fogja a különböző szervezetek vezetését, hogy június 1-jétől kezdődően kiválaszthatják őket mintavételre. A vizsgálati program személyzete fél font zsírszövetet fog begyűjteni, valamint bizonyos esetekben ugyanilyen mennyiségű májszövetet, és a mintavételi feladat részeként feljegyeznék minden állattazonosító információt az ökrök, üszők, tejelő tehenek, piaci sertések, fiatal csirkék és fiatal pulykák vágási osztályai szerint.



## EFSA

<https://www.efsa.europa.eu/en/news>

**Fipronil: results of follow-up monitoring published**

**EFSA has published its analysis of food data collected following the widespread detection of fipronil residues in eggs last summer.**

The detection of fipronil residues in eggs by Belgian authorities in July 2017 led to millions of eggs being withdrawn from the market in the European Union. The contamination was caused by illegal use of non-approved veterinary medicinal products in poultry farms.

Member States submitted to EFSA the results of more than 5,000 samples of eggs and chicken collected between 1 September and 30 November 2017.

The samples were analysed for fipronil and other active substances specified by the European Commission. The analysis showed that 742 of the samples contained residues in quantities exceeding legal limits, almost all related to fipronil.

The majority of exceedances were found in suspect samples – those derived from products or producers where illegal use was known or assumed. Products with

exceedances of legal limits originated from eight Member States – the Netherlands, Italy, Germany, Poland, Hungary, France, Slovenia, and Greece.

The food products affected were mainly unprocessed chicken eggs and fat of laying hens. Some exceedances were reported for muscle of laying hens and egg powder. The report has been shared with risk managers at EU and Member State level.

**Pesticides: pilot assessments on cumulative risk near to completion**

EFSA is close to completing two landmark assessments of the risks posed to consumers by multiple pesticides.

They have been made possible by the Monte Carlo Risk Assessment (MCRA) tool, a software program developed by the Dutch National Institute for Public Health and the Environment (RIVM) in close cooperation with Biometris, part of Wageningen University and Research. The tool has been adapted to perform assessments of cumulative exposure from pesticides as part of an ongoing partnership between EFSA and the RIVM.

The software will now be further refined and complemented with a data model which,

when fully developed, will house all the information necessary to perform full regulatory cumulative risk assessments. A proposal for the data model is published today.

A data model describes the logical inter-relationships and flows between different data elements. It also defines the way data is stored and retrieved. A data model is crucial to building a database of standardised, compatible data.

The substances to be considered in the assessments of the thyroid and nervous systems were identified by EFSA's pesticide experts using a methodology specially devised for classifying pesticides into "cumulative assessment groups" (CAGs). Over the coming years, CAGs will be defined for other organs, tissues and systems, such as the liver, kidneys, eyes, and the reproductive and developmental systems.

The methodology rests on the assumption that pesticides causing the same specific effects can produce cumulative toxicity – even if they do not have similar modes of action.

The EU regulation on maximum levels of pesticides in food (MRLs) stipulates that decisions on MRLs should take into account cumulative effects of pesticides as and when the methods

to assess such effects become available. In addition, the regulation covering the placing of pesticides on the market stipulates that pesticides should have no harmful effects – including cumulative effects – on humans.

**Why is communicating scientific uncertainties important?**

**EFSA's scientists are introducing a more harmonised and transparent way of accounting for the limitations in scientific knowledge – the "uncertainties" – in their scientific assessments. Our proposed communications approach aims to help our different audiences to understand this information by providing it in a more accessible language tailored to their needs.**

To test and improve their communications approach they would particularly like to hear from:

– Science communicators such as writers, editors, journalists, press and public information officers: on Section 3 containing the practical guidance for communicating uncertainty – how understandable and easy to follow is it? Could you use such a document, and if not how could it be made more usable?

– Social scientists and academics specialised in communication of scientific uncertainties: is there any additional research on different audience understandings of probabilities, verbal vs numerical information, and hedging words, as well as on the use of visuals for communicating uncertainty?

– Decision-makers, scientific assessors, stakeholders from the food safety and public health areas who use EFSA's communications or those of other scientific advisory bodies at national, European or international level: do you have any insights or experience to help improve our approach? How can this approach be adapted to help you better understand or explain the results of an uncertainty analysis?

## Food Safety News

<http://www.foodsafetynews.com/>

**FSIS set to begin dioxin analysis of U.S. meat, poultry**

**Federal agencies are set to begin a year-long testing program on U.S. beef, pork and poultry to measure the levels of a highly toxic group of chemicals called di-**

**oxins, which are best known for their use in Agent Orange and other herbicides.**

The 2018 Dioxin Survey, headed by the USDA's Food Safety and Inspection Services (FSIS), will be done in conjunction with the federal Agricultural Research Service (ARS), and the Red River Valley Agricultural Research Center in Fargo, ND.

This is the fourth such survey in a recurring five-year cycle. The FSIS collaborates with federal partners including ARS, the Environmental Protection Agency and the Food and Drug Administration. The previous dioxin surveys were done in 2003, 2008 and 2013.

Dioxins are a group of compounds that are of public health concern, according to the U.S. National Institutes of Health, the EPA, the World Health Organization and other public health agencies. The chemicals are widely found, but generally at very low levels, throughout the natural environment.

The EPA banned the use of dioxin in herbicides in 1979 after reviewing evidence of its danger to humans, particularly from the widespread use of it by the U.S. military in Vietnam. Also, herbicides containing dioxin were very popular with U.S. farmers to clear fields of broad-

leaf weeds, which increased crop yields and cleared the way for grass to grow.

Today, for people in the United States, the main exposure vehicle is food, according to the NIH and WHO. Dioxins are absorbed and stored in animals' fat tissues and, therefore, accumulate in the food chain, according to the National Institutes of Health. More than 90 percent of human exposure is through food, the health agency reports.

Contaminated animal feed is often the root-cause of dioxin contamination of food, according to U.S. and international health agencies.

ARS and FSIS will analyze the data collected to continue to monitor dioxin levels in animal fats and evaluate trends in dioxin levels in livestock and poultry. These data will be used to detect and identify possible sources of dioxin in the food supply and to determine whether regulatory actions by FDA and EPA are warranted.

The agency will advise management of various establishments that they may be selected for sampling, beginning June 1. Inspection program personnel will collect half a pound of fat tissue – and in some cases an equal amount of liver tissue – and record all animal identification

information as part of the sampling task from the slaughter classes of steers, heifers, dairy cows, market swine, young chickens and young turkeys, as assigned.



**Szerzőink / Authors**

(The affiliation of authors in English can be find on the bottom of first page of relevant articles)

**Dr. FEKETE-FROJIMOVICS Zsófia**

Budapesti Gazdasági Egyetem / *Budapest Business School*

**FRUM Zsuzsanna**

Nemzeti Élelmiszerlánc-biztonsági Hivatal / *National Food Chain Safety Office*

**HORVÁTH Tímea**

Nemzeti Élelmiszerlánc-biztonsági Hivatal / *National Food Chain Safety Office*

**JAKUSCHNÉ Dr. KOCSIS Tímea**

Budapesti Gazdasági Egyetem / *Budapest Business School*

**KURUCZ Csilla**

Magyar Szabványügyi Testület / *Hungarian Standards Institution*

**Dr. LENKOVICS Beatrix**

Budapesti Gazdasági Egyetem / *Budapest Business School*

**LIPCSEI Viktória**

Nemzeti Élelmiszerlánc-biztonsági Hivatal / *National Food Chain Safety Office*

**MAGYARNÉ HORVÁTH Kinga**

Budapesti Gazdasági Egyetem / *Budapest Business School*

**Prof. Dr. LUGASI Andrea**

Budapesti Gazdasági Egyetem / *Budapest Business School*

**PÁLFFI Éva**

Nemzeti Élelmiszerlánc-biztonsági Hivatal / *National Food Chain Safety Office*

**Dr. RIPKA Géza**

Nemzeti Élelmiszerlánc-biztonsági Hivatal / *National Food Chain Safety Office*

**RÓNAI Anna**

Nemzeti Élelmiszerlánc-biztonsági Hivatal / *National Food Chain Safety Office*

**Dr. SOMOGYI László**

Szent István Egyetem / *Szent István University*

**Dr. SOÓS Anita**

Szent István Egyetem / *Szent István University*

**SZUNYOGH Gábor**

WESSLING Hungary Kft. / *WESSLING Hungary Ltd.*

**Dr. TÖLGYESI Ádám**

Nemzeti Élelmiszerlánc-biztonsági Hivatal / *National Food Chain Safety Office*

**TOMPOS Barbara**

Szent István Egyetem, Élelmiszertudományi Kar, Árukezelési és Érzékszervi Minősítési Tanszék  
*Szent István University, Faculty of Food Science, Department of Postharvest and Sensory Evaluation*

**ZAY Katalin**

Szent István Egyetem / *Szent István University*

**Kiadó / Publisher:** Wessling Nemzetközi Kutató és Oktató Központ Közhasznú Nonprofit Kft. / Wessling International Research and Educational Centre Nonprofit Beneficial Ltd. / **HU ISSN 0422-9576**

**Felelős kiadó / Director:** Dr. ZANATHY László ügyvezető igazgató / CEO

**Főszerkesztő / Editor in chief:** Dr. SZIGETI Tamás János

**Szerkesztő / Editor:** Dr. POPOVICS Anett, SZUNYOGH Gábor

**Angol fordítás / English translation:** Dr. HANTOSI Zsolt

**Fotó illusztrációk készítése / Art photo designer:** TOLOKÁN Adrienn

**Honlap adminisztrátor / web admin.:** JUHÁSZ Péter

**Szerkesztőbizottság / Editorial Board:** AMBRUS Árpád Dr. (*ny. egy. tanár, NÉBIH főtanácsadó / ret. univ. prof., NFCSO chief advisor*) • BÁNÁTI Diána Dr. (*c. egy. tanár, SZIE; tud. igazgató, ILSI Brüsszel / hon. univ. prof., SZIU; sci. director, ILSI Bussels*) • BARNA Sarolta Dr. (*ig. NÉBIH KÉI / dir. NFCSO Directorate of Risk Assessment*) • BÉKÉS Ferenc Dr. (*az MTA külső tagja, igazgató, FBFD PTY LTD NSW Ausztrália / External Member of Hung. Acad. Sci., director of FBFD PTY LTD NSW Australia*) • BIACS Péter Dr. (*ny. egy. tanár, SZIE / ret. univ. prof. SZIU*) • BIRÓ György Dr. (*ny. egy. tanár, SOTE Egészségtudományi Kar / ret. univ. prof., SMU Faculty of Health Sci.*) • BOROSS Ferenc Dr. (*űv. elnök, EOQ MNB / executive chairman, EOQ HNC*) • CSAPÓ János. Dr. (*ny. egy. tanár, Sapientia Egyetem Kolozsvár / ret. univ. prof., Sapientia Univ. Cluj-Napoca*) • DANK Magdolna Dr. (*egyetemi tanár Semmelweis Egyetem Onkológiai Intézet / uni. prof. Semmelweis Universiti, Inst. of Oncology*) • FARKAS József Dr. (*ny. egy. tanár, akadémikus / ret. univ. prof., academician*) • GYIMES Ernő Dr. (*egy. docens, Szegedi Egyetem Mérnöki Kar / univ. docent, Univ. Szeged Faculty of Eng.*) • GYŐRI Zoltán Dr. (*ny. egy. tanár, Debreceni Egyetem / ret. univ. prof., Univ. Debrecen*) • HANTOSI Zsolt Dr. (*angol nyelvi lektor, WESSLING Hungary Kft. / english lector, WESSLING Hungary Kft.*) • HUSZTI Zsolt Dr. (*Váli MEGÉR-TÉSZ / Prod. and Market. Cooperatives Vál*) • KASZA Gyula Dr. (*elnöki tanácsadó / presidential advisor, NÉBIH*) • KOVÁCS Béla Dr. (*egy. tanár, Debreceni Egyetem / univ. prof., Univ. Debrecen*) • KURUCZ Csilla (*szabványosító menedzser, MSZT / standardization manager, HSI*) • MARÁZ Anna Dr. (*egy. tanár, SZIE / univ. prof., SZIU*) • MOLNÁR Pál Dr. (*egy. tanár, elnök, EOQ MNB / univ. prof., chairman, EOQ HNC*) • NAGY Edit (*főtitkár, MAVÍZ / secretary general, Hungarian Water Utility Association*) • POPOVICS Anett Dr. (*szerkesztő, Wessling Közhasznú Nonprofit Kft. / editor, Wessling Nonprofit Ltd.*) • SALGÓ András Dr. (*ny. egy. tanár, BME / ret. univ. prof. / BTU*) • SÁRDI Éva Dr. (*egyetemi tanár SZIE Genetika és Növénynevelés Tanszék / univ. prof. Dept. of Genetics and Plant Breeding*) • SIPOS László Dr. (*egy. docens, SZIE / univ. docent, SZIU*) • SOHÁR Pálné Dr. (*ny. főo. vez., NÉBIH / ret. head of dept., NFCSO*) • SZABÓ S. András Dr. (*tanár, Ward Mária Gimnázium / prof., Ward Mária High School*) • SZEITZNÉ SZABÓ Mária Dr. (*igh., NÉBIH KÉI / deputy director, NFCSO Directorate of Risk Assessment*) • SZIGETI Tamás János Dr. (*főszerkesztő, Wessling Közhasznú Nonprofit Kft. / editor in chief, Wessling Nonprofit Ltd.*) • SZUNYOGH Gábor (*szerkesztő, Wessling Közhasznú Nonprofit Kft. / editor, Wessling Nonprofit Ltd.*) • TÖMÖSKÖZI Sándor Dr. (*egy. docens, BME / univ. docent, BTU*) • VARGA László Dr. (*egy. tanár, Ny-Mo Egy. Élelmiszer-tud. Intézet / univ. prof., Univ. of West Hungary, Inst. for Food Sci.*) • WESSLING, Diana (*a családi vállalkozás képviselője, résztulajdonos / representative family business, share holder, WESSLING Holding GmbH & Co. KG, Altenberge, Germany*) • ZANATHY László Dr. (*felelős kiadó, ügyvezető ig., Wessling Közhasznú Nonprofit Kft. / CEO Wessling Nonprofit Ltd.*)

**Nyomdai előkészítés / Layout dtp:** Adworks Kft., E-mail: info@adworks.hu

**Nyomda / Press office:** Készült a Possum Kft. gondozásában. (1093 Budapest, Lónyay utca 43.)

**Elérhetőségeink / Contact:** H-1045 Budapest, Anonymus utca 6., Telefon/Phone: +36 1 872-3600, +36 1 872 3621; Fax: +36 1 435 01 00, Mobil phone: +36 30 39 69 109, E-mail: eviko@wirec.eu; Web: www.eviko.hu

**Előfizetés, hirdetés / subscription, advertising:** Dr. Popovics Anett, Tel. +36 30 638 5584, E-mail: eviko@wirec.eu, Előfizetési díj egy évre/Subscription for one year: bruttó 4200 Ft. /15 €.

2015-től minden előfizetőnk grátisz lehetőséget kap a folyóirat digitális változatának letöltésére is. From 2015 the subscription includes both the printed and digital version (every subscriber will get the printed journal and additionally gratis a possibility to download the electronic version too).

A lap 1000 példányban jelenik meg, negyedévente. / This journal appears in 1,000 copies every quarter.

Minden jog fenntartva! / All right reserved!

A hivatkozással nem rendelkező képek illusztrációk. / The pictures without any references are illustrations.

A kiadó írásbeli hozzájárulása nélkül tilos a kiadvány bármilyen eljárással történő sokszorosítása, másolása, illetve az így előállított másolatok terjesztése. / Without the written permit of the publisher, duplication, copying or dissemination of this paper by any way is prohibited.

Az Élelmiszervizsgálati Közleményeket a Wessling Nemzetközi Kutató és Oktató Központ Közhasznú Nonprofit Kft. adja ki a Nemzeti Élelmiszerlánc-biztonsági Hivatallal (NÉBIH) együttműködve. / This Journal of Food Investigation is issued by the Wessling International Research and Educational Centre Beneficial Nonprofit Ltd. with cooperation the National Food Chain Safety Office (NÉBIH).

A szakfolyóiratot a következő figyelő szolgáltatások vették jegyzékbe és referálják / The Journal of Food Investigation is have been referred and listed by the next monitoring services: SCOPUS, SCIMAGO, MATARKA (Magyar folyóiratok tartalomjegyzéke/Hungarian Periodicals Table of Contents), Thomson Reuters, Elsevier's Abstracting and Indexing Database



**Tisztelt Előfizető!**

Engedje meg, hogy a WESSLING Közhasznú Nonprofit Kft. (1045 Budapest, Anonymus utca 6.), mint az Élelmiszervizsgálati Közlemények (ÉVIK) kiadója röviden, az Európai Parlament és a Tanács (EU) 2016/679 rendelet (GDPR) 13. cikkével összhangban tájékoztassa az előfizetése kapcsán megvalósuló adatkezelés részleteiről.

Mindenekelőtt felhívom szíves figyelmét, hogy a WESSLING Közhasznú Nonprofit Kft. a GDPR 5. cikke szerinti alapelvek figyelembevételével kizárólag az előfizetés teljesítése céljából nélkülözhetetlen személyes adatokat tárolja, melyeket közvetlenül Öntől, illetve Tisztelt Társaságuktól szerzett meg. A fent írtak szerint a WESSLING Közhasznú Nonprofit Kft. az előfizetés megrendelésekor megadott (1) megrendelői adatokat (megrendelő neve, elektronikus levelezési címe, telefonszáma), (2) számlázási adatokat (megrendelő számlázási neve, címe), valamint a (3) kézbesítéshez nélkülözhetetlen adatokat (címezett neve, címe) tárolja.

Az adatkezelés időtartama az előfizetés időtartamához igazodik, így amennyiben előfizetését bármely okból nem kívánja meghosszabbítani, úgy az előfizetés megszűnését követő két (2) évvel külön felhívás hiányában is intézkedünk mindazon személyes adatok törléséről, amelyeket a számvitelről szóló 2000. évi C. törvény szerint a WESSLING Közhasznú Nonprofit Kft. nem köteles a továbbiakban tárolni.

Felhívom szíves figyelmét arra is, hogy a megadott személyes adatokhoz kizárólag a magyarországi WESSLING cégcsoport munkavállalói férhetnek hozzá, azok közül egyedül a számlázási adatok kerülnek harmadik személy részére továbbításra.

Az adatkezelés időtartama alatt a WESSLING Közhasznú Nonprofit Kft. maradéktalanul biztosítja az adatkezelésben érintett természetes személyek GDPR 12-23. cikkei szerinti jogainak maradéktalan érvényesülését, melyre tekintettel Önnek, illetve a Tisztelt Társaságuk által kapcsolattartóként megjelölt munkavállalóknak lehetősége van egyebek mellett az adatkezelés részleteiről további tájékoztatást kérni, az adatkezelésben érintett adatokhoz díjmentesen hozzáférni, a pontatlan személyes adat helyesbítését, a hiányos adat kiegészítését, a jogszerűtlenül (jogalap nélkül) kezelt személyes adat törlését kérni, valamint az adatkezelés korlátozása mellett a WESSLING Közhasznú Nonprofit Kft. adatkezelésével kapcsolatban jogorvoslattal élni.

Amennyiben az adatkezelés részleteivel kapcsolatosan további tájékoztatásra lenne szüksége, vagy bármilyen kérdése merülne fel, kérem, hogy kérdéseit a személyes. adatvedelem@wessling.hu elektronikus levelezési címre küldje meg.

Tisztelettel:



**Dr. Szigeti Tamás János**  
főszerkesztő

*Hamarosan megjelenik  
az új különszám!*

Kromatográfus  
kromatográfiai folyóirat

## NYÁRI KÜLÖNKIADÁS!

**Kővágó Márton és Tölgyesi Ádám tanulmánya:**

LC-MS/MS alapú szűrőmódszer kidolgozása  
és validálása gyógyszerkészítmények  
meghatározására összetett takarmányokban

**Kérje ingyenes példányát a Gen-Lab Kft-nél!**

www.gen-lab.hu | info@gen-lab.hu

**genlab**  
Minden, ami kromatográfia





### Thermo Scientific:

AA, ICP-OES és ICP-MS spektrométerek  
ED-XRF készülékek  
Kompakt NMR spektrométerek  
UV/látható spektrométerek  
Automata fotometriás analizátorok  
C, H, N, S, O elemanalizátor  
FTIR, Raman és NIR spektrométerek, mikroszkópok  
Hordozható Raman, NIR és XRF spektrométerek  
GC, kvadrupól GC/MS és GC/MS/MS  
Automatizált SPE és ASE mintaelőkészítők  
HPLC, UHPLC, nano-LC  
Kvadrupól és ioncsapdás LC/MS  
Orbitrap hibrid HR/AM LC/MS  
Ionkromatográfok  
Kromatográfiás oszlopok, kiegészítők és fogyóanyagok

**Thermo**  
SCIENTIFIC  
DISTRIBUTOR



### Olympus:

Mikroszkópok

**OLYMPUS**  
Your Vision, Our Future



### Hitachi:

Elektronmikroszkópok

**HITACHI**

### SOTAX:

Tablettavizsgáló berendezések

**SOTAX**  
Solutions for Pharmaceutical Testing

### PS Analytical:

Atomfluoreszcenciás Hg, As, Se, stb. analizátorok



### Trace Elemental Instruments:

TN, TS, TX, AOX meghatározók

### HunterLab:

Színmérő készülékek

### Peak Scientific:

Gázgenerátorok



### iX Cameras:

Nagysebességű kamerák